

THESE
DE DOCTEUR-INGENIEUR : PHYSIQUE

PRESENTEE

A L ' Université Paris VI

♦
par

MICHEL GRANVEAUD

POUR OBTENIR LE GRADE DE

Docteur - Ingénieur

♦
Sujet de la Thèse : « *Elastorésistivité de couches minces de sulfure de cadmium et de tellure* ».

Soutenue le 17 décembre 1971 devant la commission d'examen.

M.	BALKANSKI	<i>Président</i>
P.	BARUCH	} <i>Examineurs</i>
J.	GOUAULT	
J.M.	THUILLIER	

THESE
DE DOCTEUR-INGENIEUR ; PHYSIQUE

PRESENTEE

A L ' Université Paris VI

♦

par

MICHEL GRANVEAUD

POUR OBTENIR LE GRADE DE

Docteur - Ingénieur

♦

Sujet de la Thèse : « *Elastorésistivité de couches minces de sulfure de cadmium et de tellure* ».

Soutenue le 17 décembre 1971 devant la commission d'examen.

M.	BALKANSKI	<i>Président</i>
P.	BARUCH	} <i>Examineurs</i>
J.	GOUAULT	
J.M.	THUILLIER	



Ce travail a été **commencé** au sein de la société Bureau d'analyse et de recherche appliquée et terminé dans les laboratoires de la société d'instrumentation Schlumberger, division capteurs.

Que Monsieur le professeur M. Balkanski qui a accepté la direction de ce travail trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Je tiens à remercier particulièrement Monsieur Y. Petroff grâce à qui de nombreuses difficultés ont été résolues. Mes remerciements vont aussi à tous mes camarades de la société Schlumberger, et notamment Monsieur R. Rose, pour leur aide et leur travail efficace.

Je remercie la D.R.M.E. qui a partiellement financé cette étude et Madame Delva grâce à qui ce travail a pu être fait.

Les tâches ingrates de mise en page et de frappe du manuscrit ont été effectuées par ma femme; son aide a été fortement appréciée.

P L A N

INTRODUCTION

ETUDE ANALYTIQUE

- I. Elastorésistivité d'une couche mince orientée
- II. Valeurs des coefficients $m^{(W)}$
- III. Application aux couches présentant une orientation préférentielle
 - 1. Etude de l'orientation préférentielle (001)
 - 2. Cas où l'axe (001) est dans le plan de la couche
- IV. Définition des coefficients extensométriques

PRINCIPE ET PRATIQUE DES MESURES

- I. Généralités
- II. Mesures d'élastorésistance
 - 1. Principe
 - 2. Substrats
 - 3. Mise en pratique

RESULTATS EXPERIMENTAUX

- I. Couches de sulfure de cadmium
 - 1. Préparation des couches
 - 2. Résultats
 - a) Couches de CdS sur support vycor
 - 1) Résistivité et mobilité
 - 2) Mesures cristallographiques
 - 3) Mesures d'élastorésistance
 - b) Couches de CdS sur support mica
 - 1) Résistivité et mobilité
 - 2) Mesures cristallographiques
 - 3) Mesures d'élastorésistance

II. Couches de tellure

1. Préparation des couches
2. Résultats
 - a) Tellure pur
 - 1) Résistivité
 - 2) Orientation cristallographique
 - 3) Mobilité de Hall
 - 4) Mesures d'élastorésistance
 - b) Tellure dopé
 - 1) Tellure dopé à l'antimoine
 - 2) Tellure dopé au bismuth
 - 3) Tellure dopé à l'argent
 - c) Etude de trois couches en fonction de la température
 - 1) Résistivité
 - 2) Mobilité de Hall
 - 3) Coefficient de Hall

III. Utilisation des résultats

INTERPRETATION DES RESULTATS

I. Couches de CdS

1. Résistivité et mobilité de Hall
 - a) Résistivité
 - b) Mobilité de Hall
 - c) Application des relations précédentes
2. Coefficients extensométriques
 - a) Coefficient extensométrique longitudinal K_L
 - b) Coefficient extensométrique transversal K_T
 - c) Application des calculs

II. Couches de tellure

1. Résistivité et mobilité de Hall
2. Coefficients extensométriques
 - a) Coefficient extensométrique longitudinal K_L
 - b) Coefficient extensométrique transversal K_T
 - c) Application des calculs
 - d) Constante de temps

CONCLUSION

Digitized by the Internet Archive
in 2026

INTRODUCTION

Le phénomène de variation de la résistance électrique d'un matériau sous l'effet d'une déformation est un phénomène général; on le qualifie d'élastorésistant. Toute déformation étant liée à une (ou plusieurs) contrainte, on parlera aussi de piézorésistance qui est la variation de résistance électrique sous l'effet d'une contrainte.

L'étude des propriétés élastorésistives d'un matériau présente et un intérêt pratique immédiat et un intérêt théorique.

Les propriétés élastorésistives de certains matériaux sont utilisées dans le domaine des jauges à fil résistant; celles-ci, métalliques ou semi-conductrices, sont obtenues à partir d'un matériau par découpe mécanique ou chimique, ou par lamimage; elles sont filiformes et utilisent les propriétés élastorésistives longitudinales, c'est-à-dire qu'on mesure la variation de résistance dans la direction de la déformation. Elles sont fixées par collage sur la structure à étudier.

Les techniques d'évaporation sous vide permettent d'obtenir des couches jouissant de propriétés élastorésistives analogues et possédant de plus des particularités intéressantes:

- La masse des couches évaporées et leur inertie sont très faibles.
- La colle entre l'élément sensible et le support déformable est supprimée.
- En utilisant des techniques de masques, il est possible de réaliser au cours d'une seule évaporation quatre couches sur un substrat qui peuvent constituer quatre éléments sensibles d'un capteur.
- Grâce à la forme des couches évaporées, il est possible d'utiliser les propriétés élastorésistives longitudinales et transversales.

On a surtout étudié, jusqu'à présent, les propriétés élastorésistives des couches minces métalliques; une étude

de R.L. Parker et A. Krinsky (1) donne des résultats intéressants pour divers métaux: Au, Pd...P. Thureau et al (2) ont de leur côté étudié le Bi, le Ni, le Sb. Les alliages Ni-Cu ont été étudiés par J. Gouault (17). Il existe actuellement des capteurs industriels utilisant les propriétés élastorésistantes d'alliages métalliques et des études technologiques sont poursuivies pour la réalisation de membranes équipées de couches de bismuth (3), (4) ou de germanium (5).

Du point de vue théorique, les propriétés élastorésistives ou piézorésistives de monocristaux ont reçu des explications satisfaisantes dans certains cas: monocristaux cubiques de Si, Ge, PbTe...permettant de préciser les structures de bandes de ces semi-conducteurs.

L'interprétation des propriétés élastorésistives de couches minces doit tenir compte de la structure polycristalline des échantillons et de la présence de joints de grains entre les cristallites. Pour expliquer la conductivité des couches minces semi-conductrices, R.H. Bube (6) a développé un modèle utilisé par divers auteurs (11). L'hypothèse de départ est la suivante: une couche mince est constituée, dans le plan de la couche, par une suite régulière à deux dimensions de cristallites et de joints de grains; ces cristallites et ces joints de grains ont le même type de conductivité et sont caractérisés par leurs résistivité et mobilité de Hall. Les caractéristiques de la couche totale sont obtenues par des combinaisons série-parallèle des valeurs de résistivité et de mobilité.

Notre travail porte sur les propriétés élastorésistives de couches minces de sulfure de cadmium et de tellure.

Des expériences de piézorésistance faites avec du CdS monocristallin ont permis de connaître les variations de résistance après application d'une pression hydrostatique (12). D'autre part, des coefficients élastorésistants longitudinaux très importants ont été obtenus avec des couches de CdS de forte résistivité (13).

Le tellure monocristallin possède de grands coefficients piézorésistifs (14), (15); les coefficients π_{33} et π_{31}

sont de l'ordre de $300 \times 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{dyn.}$ à 300°K pour du Te contenant $7 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ porteurs. D'autre part, Parker et Krinsky (1) et Laniepcce (10) ont obtenu des coefficients élastorésistants longitudinaux de l'ordre de 20 et pratiquement invariants dans une grande gamme d'épaisseur (1500-5000 Å) avec des couches de tellure.

Les buts que nous avons poursuivis, dans cette étude, sont les suivants:

- 1 - Examiner la possibilité de réaliser des éléments sensibles à des déformations et qui soient utilisables industriellement. L'utilisation d'éléments résistants pour la mesure de déformation nécessite qu'ils possèdent des qualités de reproductibilité, de vieillissement,... et des caractéristiques plus particulières:
 - une résistance nominale de l'ordre de 1000 ohms (ou moins).
 - une sensibilité thermique voisine de $10^{-3}/^\circ\text{C.}$
 - des coefficients élastorésistants de 10 ou plus.
- 2 - Comparer les résultats expérimentaux obtenus avec les coefficients calculés à l'aide d'un modèle théorique; cette comparaison est faite en fonction de l'épaisseur pour le CdS et de la mobilité de Hall pour le Te.

Nous exposons dans la première partie une analyse de l'élastorésistivité des couches minces orientées; ensuite nous indiquons les méthodes expérimentales mises en oeuvre, et nous présentons, dans la troisième partie, les résultats obtenus avec les couches de CdS et de Te. Dans la quatrième partie, nous avons calculé les coefficients élastorésistifs à l'aide du modèle de Bube (6) et nous avons comparé nos résultats avec ces coefficients.

ETUDE ANALYTIQUE

Les coefficients élastorésistifs d'une couche sont des moyennes des coefficients élastorésistifs des monocristaux la constituant et d'effets additionnels prenant naissance aux limites des divers cristaux. Dans le cas d'une couche à orientation préférentielle fortement marquée, c'est-à-dire dont la majorité des monocristaux la constituant ont un plan de cristallisation commun, il est intéressant de faire une étude analytique de l'élastorésistivité des monocristaux. Nous allons donc étudier l'élastorésistivité d'un monocristal et essayer de trouver des règles valables pour l'ensemble des monocristaux d'une couche (7).

Pour un monocristal, la résistivité est représentée analytiquement, dans le cas le plus général, par un tenseur symétrique du deuxième ordre. L'application d'une contrainte sur ce cristal se traduit physiquement par l'apparition de déformations; on définit le tenseur symétrique du deuxième ordre des déformations. Dans un espace à six dimensions, on peut écrire les relations définissant les coefficients d'élastorésistivité m_{pq} :

$$(\Delta \varrho)_p = m_{pq} \varepsilon_q$$

où m_{pq} est la matrice représentative à 36 éléments du tenseur du quatrième ordre d'élastorésistivité et $(\Delta \varrho)_p$ est la matrice des variations relatives de résistivité après application des déformations ε_q .

Nous ne nous intéressons qu'aux seuls coefficients m_{11} , m_{12} , m_{22} , m_{21} ; les autres coefficients qui font appel à la troisième dimension ne sont pratiquement pas mesurables pour des couches minces.

I. Elastorésistivité d'une couche mince orientée

Soit une couche mince orientée déposée sur un substrat plan. Les monocristaux W, V.... de cette couche ont en commun le plan cristallin Q (Fig. 1).

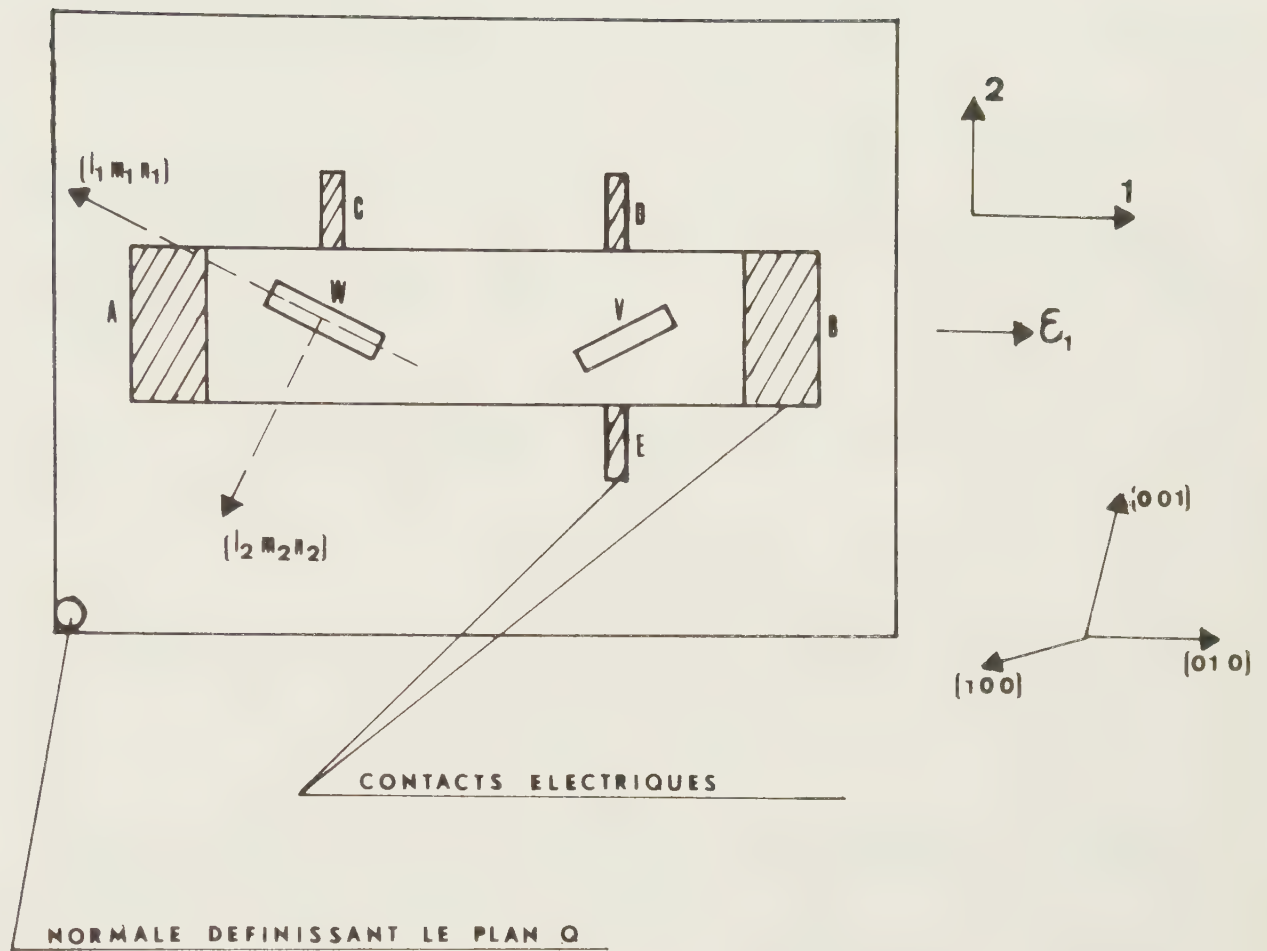


Fig. 1- Définition des coefficients élastorésistifs.

Dans ce plan, les axes de référence sont les axes orthonormés 1 et 2. Un champ électrique est appliqué dans la direction 1 et on mesure les différences de potentiel existant entre les contacts électriques A et B, C et D, D et E (Fig.1).

Le support est soumis à un ensemble de contraintes telles que, dans la zone de la couche mince, il existe une seule déformation ϵ_1 dans la direction 1. La couche déposée (c'est-à-dire chaque monocristal W, V....) subit cette même déformation ϵ_1 .

La résistivité $\rho_1^{(W)}$ du monocristal W dans la direction 1 varie de $(\Delta\rho^{(W)})_1$ tel que:

$$(\Delta\rho^{(W)})_1 = m_{11}^{(W)}\epsilon_1$$

et $\rho_2^{(W)}$ dans la direction 2 varie de $(\Delta\rho^{(W)})_2$ tel que:

$$(\Delta\rho^{(W)})_2 = m_{21}^{(W)}\epsilon_1$$

$m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ sont les coefficients élastorésistifs longitudinaux et transversaux du monocristal W.

En général, les variations $(\Delta\rho^{(V)})_1$ et $(\Delta\rho^{(V)})_2$ relatives au monocristal V sont différentes des $\Delta\rho$ de W.

Nous allons calculer les coefficients $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ pour les classes cristallines suivantes:

- système hexagonal - classes $\bar{6}22$, $\bar{6}$ mm, 6/mm m, 6m2
- système rhomboédrique - classes $\bar{3}2$, $\bar{3}$ m, 3 m.

Ces coefficients seront déduits des matrices m matrices d'élastorésistivité fournies par C.S. Smith (8) de la manière suivante:

Dans le plan Q commun, le monocristal W - qui peut toujours être choisi rectangulaire - est défini par rapport aux axes cristallographiques par les cosinus directeurs l_1 , m_1 , n_1 de son grand côté et l_2 , m_2 , n_2 de la direction directement perpendiculaire à (l_1, m_1, n_1) , (Fig.1).

Les valeurs de $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ sont:

$$m_{11}^{(W)} = f(l_1, m_1, n_1, \text{éléments de } m)$$

$$m_{21}^{(W)} = f(l_1, m_1, n_1, l_2, m_2, n_2, \text{éléments de } m)$$

$m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ sont les transformées de m_{11} et m_{21} dans la transformation amenant l'axe (l_1, m_1, n_1) suivant (100) et (l_2, m_2, n_2) suivant (010).

Connaissant $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$, nous cherchons quelles relations simples, caractéristiques du corps déposé en couche mince, résultent de l'existence d'un plan commun Q de cristallisation:

$$g(m_{11}^{(W)}, m_{21}^{(W)}) = \text{Cte.}$$

II. Valeurs des coefficients $m^{(W)}$

Pour le système hexagonal - classes 622, 6 m m, 6/m m m, $\bar{6}$ m 2 - la matrice représentative du tenseur m est:

$$\begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} & m_{13} & 0 & 0 & 0 \\ m_{12} & m_{11} & m_{13} & 0 & 0 & 0 \\ m_{31} & m_{31} & m_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & m_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & m_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2}(m_{11}-m_{12}) \end{pmatrix}$$

Cette matrice non symétrique est définie par six coefficients indépendants:

$$m_{11}, m_{12}, m_{13}, m_{31}, m_{33}, m_{44}.$$

Les valeurs des coefficients $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ sont:

$$\begin{aligned} m_{11}^{(W)} = & m_{11}(l_1^2 + m_1^2)^2 + m_{33}n_1^4 \\ & + (m_{13} + m_{31} + 4m_{44}) n_1^2 (l_1^2 + m_1^2) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
m_{21}^{(W)} = & m_{11}(l_1 l_2 + m_1 m_2)^2 + m_{12}(m_1 l_2 - l_1 m_2)^2 \\
& + m_{13} n_2^2 (l_1^2 + m_1^2) + m_{31} n_1^2 (l_2^2 + m_2^2) \\
& + 4m_{44} n_1 n_2 (m_1 m_2 + l_1 l_2).
\end{aligned}$$

Pour le système rhomboédrique - classes 32 , $\bar{3}m$, $3m$ - la matrice représentative du tenseur m est:

$$\begin{pmatrix}
m_{11} & m_{12} & m_{13} & m_{14} & 0 & 0 \\
m_{12} & m_{11} & m_{13} & -m_{14} & 0 & 0 \\
m_{31} & m_{31} & m_{33} & 0 & 0 & 0 \\
m_{41} & -m_{41} & 0 & m_{44} & 0 & 0 \\
0 & 0 & 0 & 0 & m_{44} & m_{41} \\
0 & 0 & 0 & 0 & m_{14} & \frac{1}{2}(m_{11} - m_{12})
\end{pmatrix}.$$

Cette matrice non symétrique est définie par huit coefficients indépendants:

$$m_{11}, m_{12}, m_{13}, m_{31}, m_{33}, m_{14}, m_{41}, m_{44}.$$

Les valeurs des coefficients $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ sont:

$$\begin{aligned}
m_{11}^{(W)} = & m_{11}(l_1^2 + m_1^2)^2 + (m_{13} + m_{31}) n_1^2 (l_1^2 + m_1^2) \\
& + m_{33} n_1^4 + 2(m_{14} + m_{41}) m_1 n_1 (3l_1^2 - m_1^2) \\
& + 4m_{44} n_1^2 (m_1^2 + l_1^2)
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
m_{21}^{(W)} = & m_{11}(l_1 l_2 + m_1 m_2)^2 + m_{12}(l_1 m_2 - m_2 l_1)^2 \\
& + m_{13} n_1^2 (l_2^2 + m_2^2) + m_{31} n_2^2 (l_1^2 + m_1^2) + m_{33} n_1^2 n_2^2 \\
& + 4m_{44} n_1 n_2 (m_1 m_2 + l_1 l_2) \\
& + 2m_{14} [2n_1 l_1 m_2 l_2 + m_1 n_1 (l_2^2 - m_2^2)] \\
& + 2m_{41} [2n_2 l_2 m_1 l_1 + m_2 n_2 (l_1^2 - m_1^2)].
\end{aligned}$$

III. Application aux couches présentant une orientation préférentielle

1. Etude de l'orientation préférentielle (001)

L'axe (001) est normal au plan de la couche; nous imposons la condition: $n_1 = n_2 = 0$. Les expressions de $m_{11}^{(W)}$, $m_{21}^{(W)}$ se simplifient et deviennent pour les deux systèmes qui nous intéressent:

Pour le système hexagonal:

$$m_{11}^{(W)} = m_{11}$$

$$m_{21}^{(W)} = m_{12}$$

De plus: $m_{12}^{(W)} = m_{12}$

Quels que soient l_1 , m_1 , nous avons les deux relations:

$$m'_{11} = m_{11}$$

$$m'_{21} = m_{12}$$

Pour le système rhomboédrique:

$$m_{11}^{(W)} = m_{11}$$

$$m_{21}^{(W)} = m_{12}$$

De plus: $m_{12}^{(W)} = m_{12}$

Comme dans le système hexagonal, quels que soient l_1 et m_1 , nous avons les deux relations:

$$m'_{11} = m_{11}$$

$$m'_{21} = m_{12}$$

On peut donc énoncer la règle suivante:

Un corps cristallisant dans le système hexagonal - classes 622, 6m m, 6/mmm, $\bar{6}m2$ - ou dans le système rhomboédrique - classes 32, $\bar{3}m$, 3m - et qui est obtenu en couche mince avec une orientation préférentielle (001) a deux coefficients d'élastorésistivité qui satisfont les égalités:

$$m'_{11} = \text{Cte}$$

$$m'_{21} = \text{Cte}$$

ces relations simples sont caractéristiques du corps déposé en couche mince.

2. Cas où l'axe (001) est dans le plan de la couche

La normale au plan défini par les deux directions (l_1, m_1, n_1) et (l_2, m_2, n_2) a pour direction celle du produit vectoriel de ces deux vecteurs; l'appartenance de la direction (001) à ce plan s'exprime par la nullité du produit scalaire de (001) et du vecteur résultat du produit vectoriel:

$$l_1 m_2 - m_1 l_2 = 0$$

Cette relation simplifie les expressions de $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ en supprimant les termes en m_{12} ; mais elle ne permet pas d'obtenir des valeurs de $m_{11}^{(W)}$ et $m_{21}^{(W)}$ indépendantes de l_1, m_1, n_1 et l_2, m_2, n_2 comme précédemment; il n'est donc pas possible, dans ce cas, de définir des coefficients m_{11} et m_{12} caractéristiques du corps déposé en couche mince.

IV. Définition des coefficients extensométriques

Envisageons une couche mince déposée sur un support plan, caractérisé par ses constantes élastiques: un module de Young E et un coefficient de Poisson V (dans le cas d'un support monocristallin, E et V sont des fonctions du plan cristallin et de l'orientation dans ce plan). Si une contrainte uniaxiale T est appliquée suivant la direction 1, trois déformations $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$ prennent naissance suivant les directions 1, 2, 3; elles ont pour valeur:

$$T/E, -VT/E, -VT/E$$

La couche qui adhère parfaitement au support enregistre les déformations $\varepsilon_1, \varepsilon_2$ dans le plan 1,2. Les variations de résistance de la couche sont données par les relations:

$$(\Delta R/R)_1 = \alpha \varepsilon_1 + \beta \varepsilon_2 \quad \text{direction } ox$$

$$(\Delta R/R)_2 = \beta \varepsilon_1 + \alpha \varepsilon_2 \quad \text{direction } oy$$

Les coefficients α et β sont les coefficients extensométriques intrinsèques longitudinaux et transversaux.

On appelle coefficient extensométrique:

$$K_L = (\Delta R/R)_1 / \varepsilon_1 \quad \text{coefficient longitudinal}$$

$$K_T = (\Delta R/R)_2 / \varepsilon_1 \quad \text{coefficient transversal}$$

Entre α , β , K_L , K_T , existent les relations:

$$\alpha = (K_L + V K_T) / (1 - V^2)$$

$$\beta = (K_T + V K_L) / (1 - V^2)$$

PRINCIPE ET PRATIQUE DES MESURES

I. Généralités

En premier lieu, afin de distinguer l'effet élastorésistif de l'effet piézoélectrique, nous avons effectué des essais dans les conditions suivantes:

- Courant électrique nul et application d'une déformation.
- Inversion du courant dans l'échantillon soumis à une déformation.

Ces essais n'ont pas révélé d'effet piézoélectrique décelable.

Ensuite, nous avons étudié les couches évaporées à l'aide de quatre types de mesures:

- Mesures de résistance spécifique et de mobilité de Hall; cette dernière mesure est effectuée avec une induction de 1Wb/m^2 .
- Mesures d'épaisseur qui permettent d'obtenir la résistivité des couches, à partir des résistances spécifiques.
- Mesures cristallographiques pour connaître l'orientation des cristallites et leur dimension.
- Mesures d'élastorésistance.

Nous n'insisterons pas sur les trois premiers types de mesures qui sont tout à fait classiques. Mais nous parlerons des mesures d'élastorésistance qui sont spécifiques à cette étude; et nous donnerons quelques caractéristiques des substrats qui jouent un rôle important.

II. Mesures d'élastorésistance

1. Principe

Pour les essais d'élastorésistance, nous avons choisi la flexion d'une poutre en porte-à-faux, à déformation constante.

Soit L la longueur d'une poutre homogène, isotrope, e son épaisseur et P une force appliquée à l'extrémité libre. Cette poutre a la forme triangulaire de la figure 2, telle que la largeur b de la poutre, à la distance x de O (Fig.3), varie linéai-

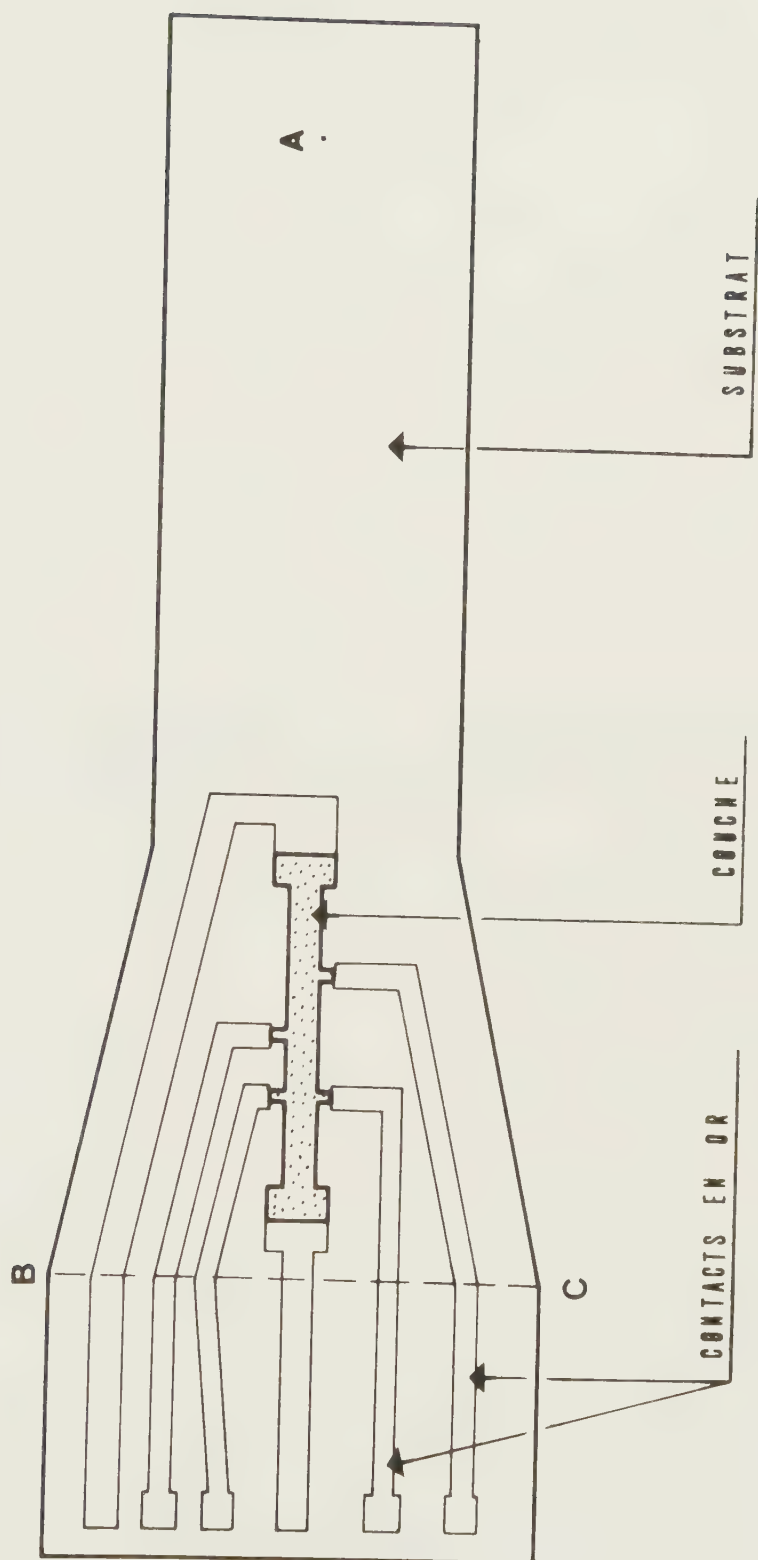


Fig. 2 - Couche évaporée sur un substrat.

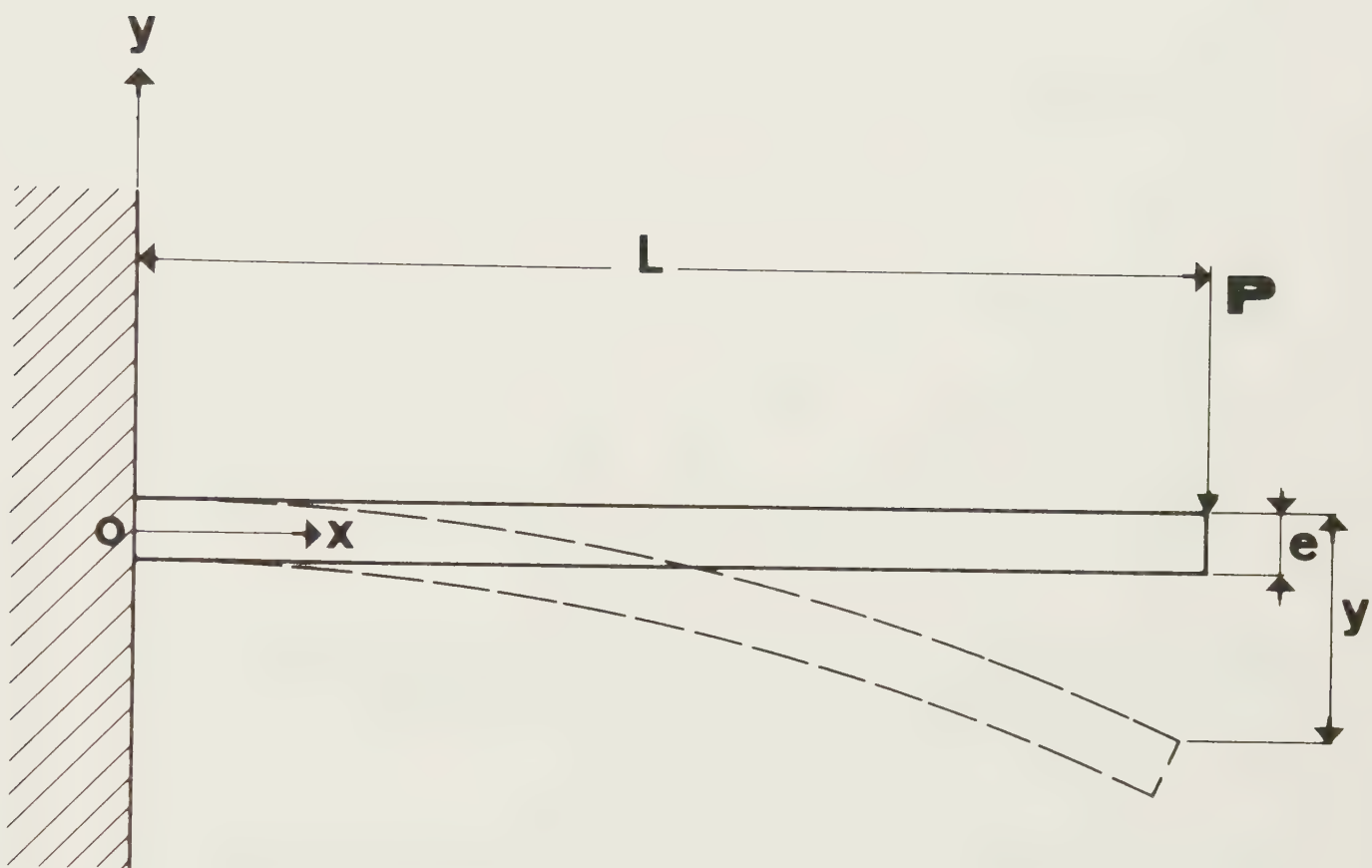


Fig. 3 - Poutre en porte-à-faux.

rement en fonction de L-x. Selon le calcul de Poorman (9), il existe une contrainte et une déformation constantes à la surface de la poutre lorsque la relation linéaire entre b et L-x est la suivante:

$$b = 6 P (L-x) / \sigma e^2 \quad (1)$$

En utilisant les hypothèses habituelles de la théorie des poutres, la force P engendre un moment de flexion M (Fig.3) tel que:

$$M = E I d^2 y / dx^2 \quad (2)$$

où I est le moment d'inertie de la section de la poutre par rapport à son axe central et E le module de Young (rapport entre la contrainte σ et la déformation ϵ suivant ox). Pour une poutre de section rectangulaire, I a pour valeur $be^3/12$. D'autre part, M est égal à $-P(L-x)$. L'équation (2) devient:

$$d^2 y / dx^2 = -2 \epsilon_{ox} / e$$

Après intégrations et sachant que les conditions aux limites sont $dy/dx=0$ pour $x=0$ et $y=0$ pour $x=0$, on obtient:

$$y = - \epsilon_{ox} x^2 / e$$

La flèche correspond à $x = L$ et on déduit la valeur de ϵ_{ox} :

$$\epsilon_{ox} = - Y e / L^2$$

c'est-à-dire que la déformation à la surface de la poutre ne dépend que des caractéristiques géométriques de la poutre et de la flèche Y.

2. Substrats

Les substrats utilisés sont des matériaux isolants, présentant des qualités mécaniques satisfaisantes: verre vycor 7913, verre pyrex 7740, mica muscovite.

Le verre vycor 7913 est caractérisé mécaniquement par un module de Young de $0,64 \times 10^{12}$ dyn/cm² et un coefficient de Poisson de 0,19; son coefficient de dilatation thermique est de $0,8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ dans le domaine de température 0-300°C. Certaines couches sont déposées sur des substrats

en verre pyrex 7740 dont le coefficient de dilatation est $3,3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ et les caractéristiques mécaniques très voisines de celles du vycor 7913.

Ces supports en verre ont une épaisseur de 0,2 mm; une de leurs faces a un poli optique. Ils sont découpés suivant la géométrie montrée par la figure 2, grâce à une technique ultra-sonique. Des contacts en or sont déposés par évaporation sur les substrats.

Des feuilles de mica muscovite non clivé et clivé ont aussi été utilisées. Ces feuilles de mica sont découpées suivant la même géométrie de la figure 2. Les épaisseurs sont 0,1, 0,05, 0,02 mm; des contacts en or sont déposés après les évaporations.

3. Mise en pratique

Les substrats sont encastrés le long de la ligne BC (Fig.2) et le point A est déplacé à l'aide d'une pointe. Ce déplacement est mesuré par un micromètre dont la touche est en contact avec la partie mobile, comme le montre la figure 4. L'ensemble mécanique et le substrat sont placés dans une enceinte; celle-ci a un double rôle: elle permet d'éviter tout effet photoélectrique perturbateur et elle maintient l'ensemble à une température homogène et contrôlée (la régulation est à $\pm 1^{\circ}\text{C}$).

Les variations de résistance des couches sont mesurées grâce à un pont de Wheatstone. Pour minimiser les effets de la température, on utilise parfois dans le pont une autre couche réalisée pendant la même évaporation.

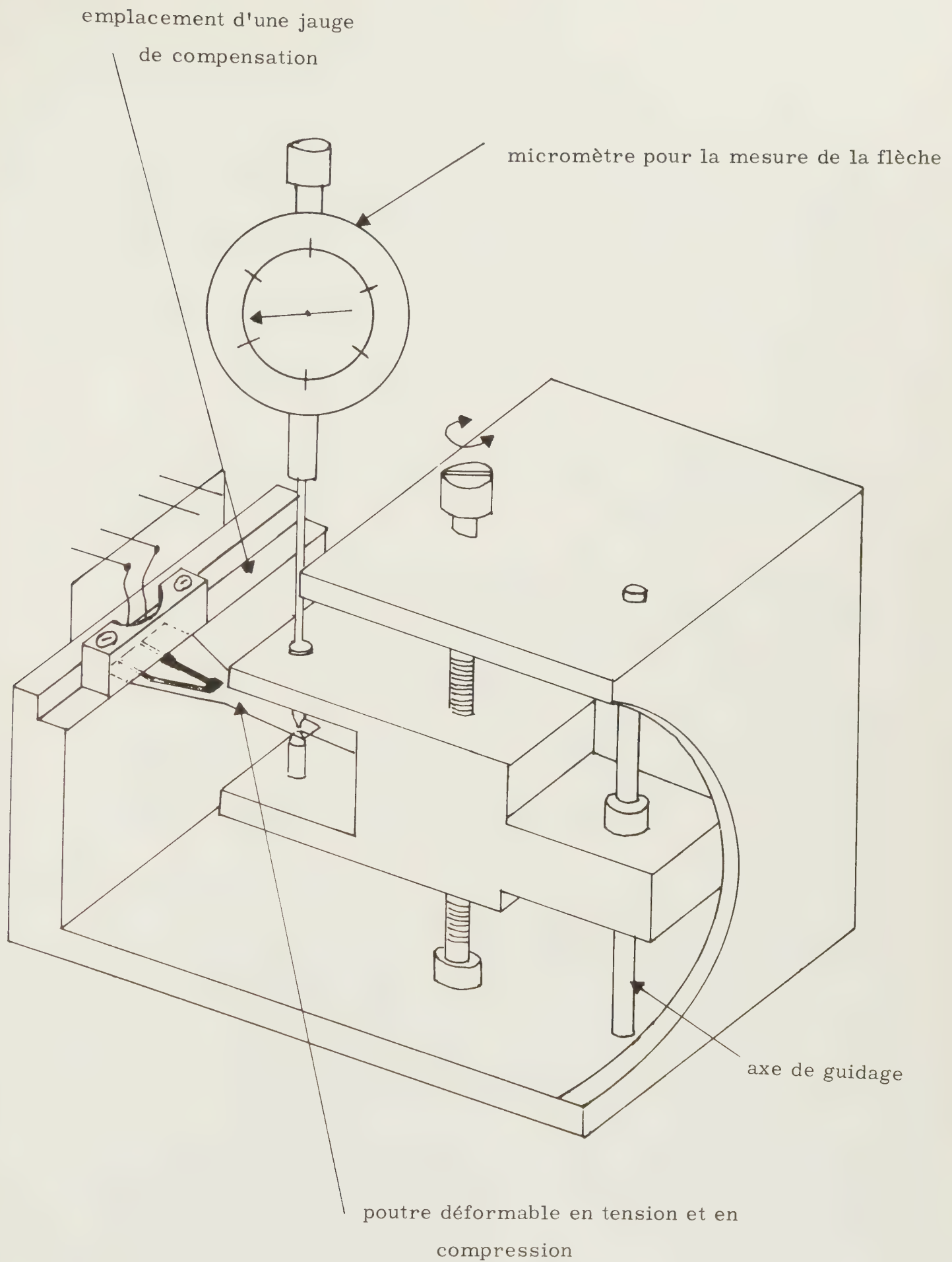


Fig. 4 - Dispositif pour la mesure de l'élastorésistance.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les couches de CdS et de Te ont été évaporées selon des procédés différents; nous avons fait précéder la présentation des résultats obtenus par le mode opératoire propre à chaque matériau.

I. Couches de sulfure de cadmium

1. Préparation des couches

Les couches sont obtenues par évaporation flash de poudre de sulfure de cadmium. Une pompe à diffusion d'huile permet d'abaisser la pression de gaz résiduel à 1×10^{-6} Torr en début d'évaporation.

Le matériau d'origine est de la poudre de CdS de qualité 6N dont l'impureté principale est le cuivre. Cette poudre transportée à l'aide d'une vis sans fin tombe régulièrement dans une nacelle en molybdène maintenue à une température de 1400°C et réglée à $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

Les substrats (3 ou 4 par évaporation) sont maintenus à une température réglée à $\pm 1^{\circ}\text{C}$; celle-ci peut varier de 20 à 400°C . D'autre part, un dispositif de caches permet de faire varier l'épaisseur des couches évaporées.

2. Résultats

Nous avons effectué des évaporations de CdS en utilisant divers paramètres:

- La température des substrats est de 20, 60, 120 ou 200°C .
- Les supports sont en vycor, pyrex ou mica.
- L'épaisseur des couches varie de 1000 à 60000 Å.

Les résultats sont notés par un triangle, un carré, un cercle ou un losange suivant la température du substrat lors de l'évaporation (20, 60, 120, 200°C).

a) Couches de CdS sur support vycor

Pour ces évaporations, la température des substrats

est de 20 ou 200°C et le CdS est déposé avec une vitesse moyenne de $10 \pm 2 \text{ Å/s.}$ à 20°C ou de $6 \pm 1 \text{ Å/s.}$ à 200°C.

1) Résistivité et mobilité

Nous avons porté sur la figure 5 la résistivité des couches obtenues en fonction de l'épaisseur. Pour les couches réalisées à 20°C, on observe une décroissance très rapide de la résistivité en fonction de l'épaisseur; pour celles obtenues à 200°C, la décroissance est moins brutale.

En fonction de la température, les résistivités varient linéairement; les sensibilités thermiques obtenues pour des couches sur support vycor à 200°C sont négatives et fortes:

- $4,5 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$ pour des résistivités de 0,2 ohm-cm et
- $6 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$ pour 1,2 ohm-cm dans le domaine de température 25-125°C.

Les mobilités de ces couches à la température ambiante sont faibles: elles sont, dans tous les cas, de l'ordre de 1 à 2,5 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$

2) Mesures cristallographiques

Des diagrammes de diffraction aux rayons X montrent que les cristallites de ces couches ont une forte densité d'axes $\vec{C}$ suivant la normale au support. La figure 6 montre les diagrammes obtenus avec deux couches réalisées à 200°C et une à 20°C. Les dimensions des cristallites sont respectivement:

500, 640 et 350 Å à $\pm 15 \%$ près.

3) Mesures d'élastorésistance

Nous avons mesuré les coefficients K_L et K_T par application d'une déformation de 292×10^{-6} ; les deux coefficients sont négatifs, c'est-à-dire qu'une déformation résultant d'une tension provoque une diminution de la résistance. Les valeurs de $-K_T$ sont légèrement supérieures à celles de $-K_L$.

La figure 7 présente le coefficient $-K_L$ en fonction

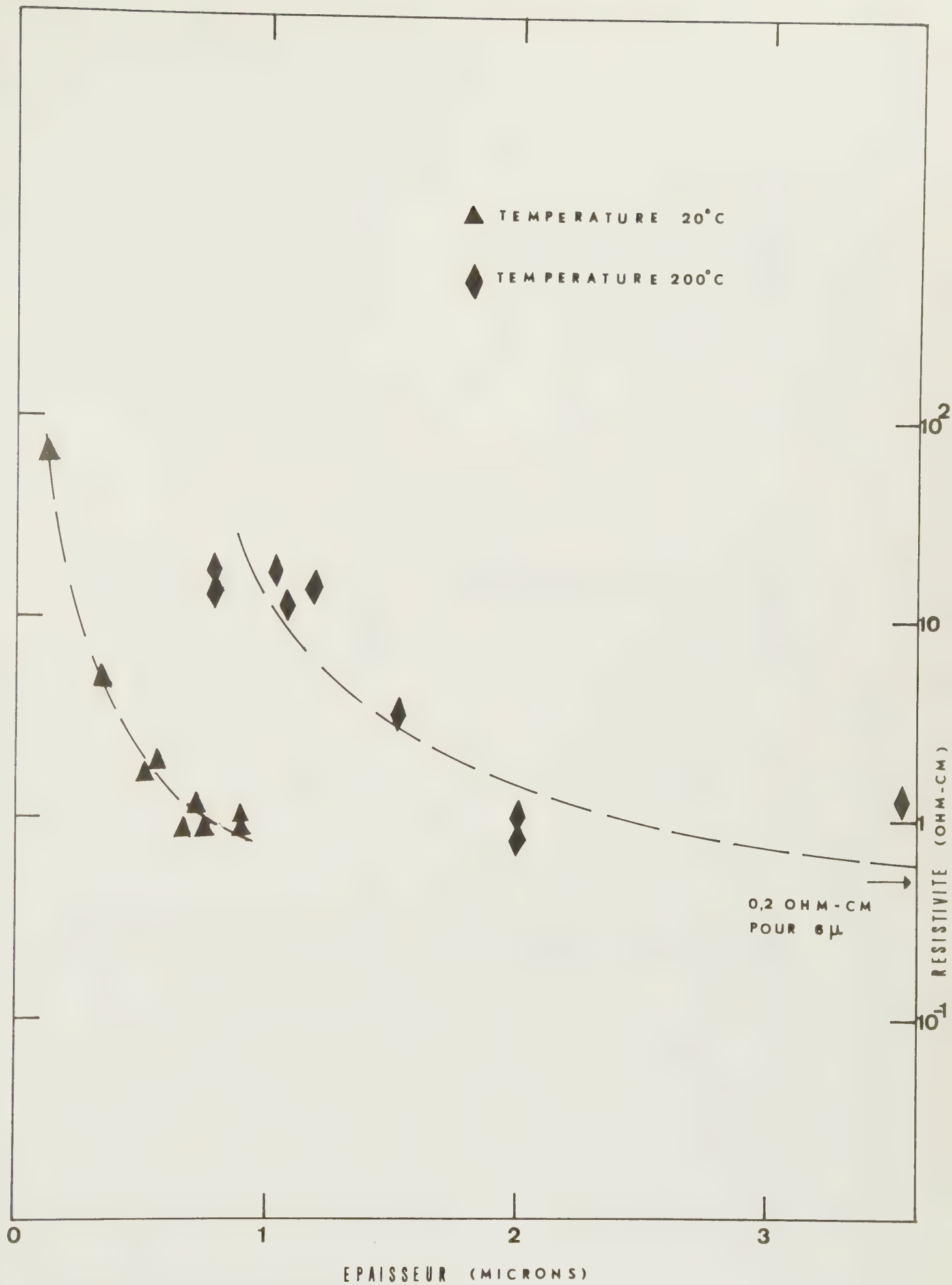


Fig. 5- Résistivité des couches de CdS déposées sur du vycor.

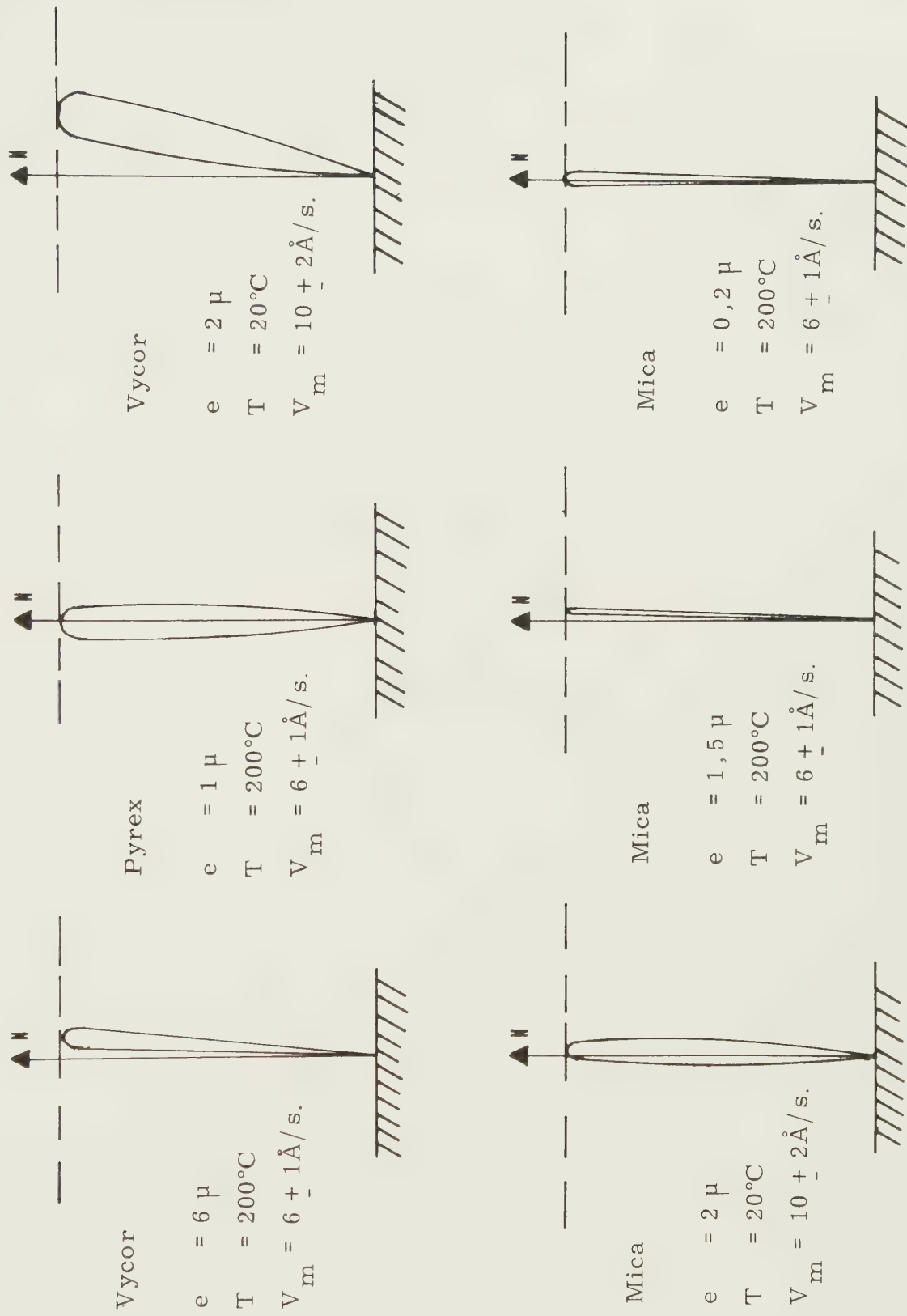


Fig. 6 - Indicatrices de l'axe $\vec{C}$.

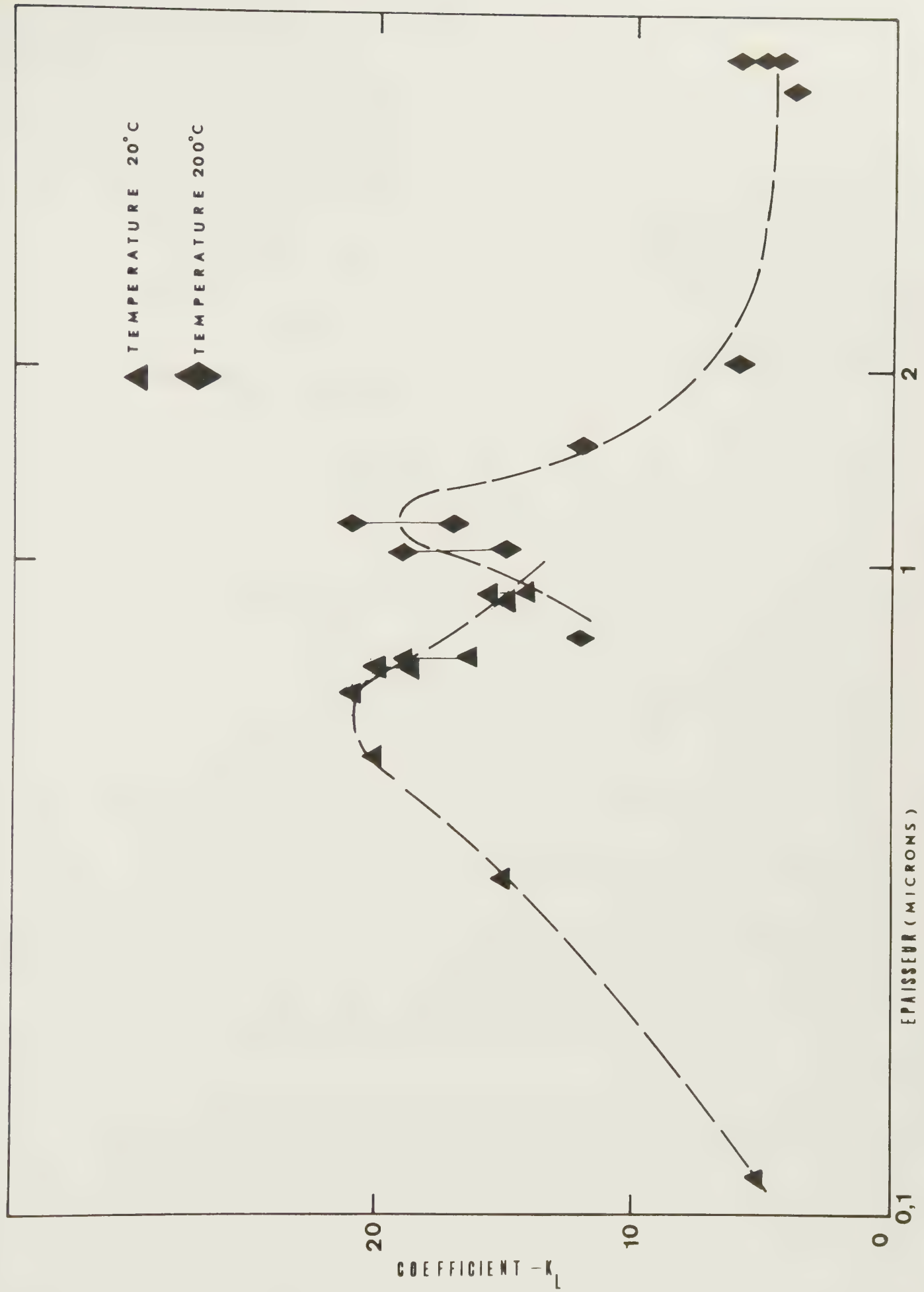


Fig. 7- Coefficient $-K_L$ pour les couches de CdS déposées sur du vycor.

de l'épaisseur. Pour les couches réalisées à 20°C, appelées par la suite vycor 20, les valeurs de $-K_L$ augmentent en fonction de l'épaisseur jusqu'à un maximum de 20 pour une épaisseur d'environ 6000 Å. Pour les couches obtenues à 200°C, appelées par la suite vycor 200, le coefficient $-K_L$ présente un maximum de l'ordre de 20 pour une épaisseur d'environ 12000 Å.

Les tableaux ci-dessous donnent les valeurs de $K_L - K_T$.

Pour des substrats à 20°C

épaisseur (micron)	0,5	0,7	0,9
$K_L - K_T$	5	6 (5-7)	6 (4,5-7)

Pour des substrats à 200°C

épaisseur (micron)	1	1,2	1,5	5,3	6
$K_L - K_T$	3	3 (2-4)	4,5	-2	-1

Les valeurs de $K_L - K_T$ sont à peu près constantes:

- dans le premier cas, 5 à 6
- dans le deuxième cas, 3 à 5 jusqu'à 1,5 micron.

Quelques couches évaporées sur des substrats en pyrex donnent des coefficients $-K_L$ légèrement supérieurs à ceux obtenus avec les couches sur vycor: nous avons obtenu des coefficients de 24 pour des couches sur pyrex et de 20 sur vycor, pour des couches de même épaisseur.

Nous avons calculé la linéarité des réponses extensométriques de plusieurs couches, en utilisant des déformations multiples de 58×10^{-6} . Nous avons trouvé, suivant les couches, des non-linéarités de 1 ou 2 %; ces valeurs sont certainement améliorables en étudiant la fixation des supports soumis à la déformation.

En fonction de la température, les coefficients $-K_L$ décroissent linéairement: $-3 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$ pour les couches à 200°C

ayant une résistivité de 1,2 ohm-cm et $-1 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$ pour celles obtenues à 200°C ayant une résistivité de 0,2 ohm-cm; ces résultats ont été obtenus dans le domaine de température 25-125 $^{\circ}\text{C}$.

b) Couches de CdS sur support mica

Pour ces évaporations, les températures des substrats sont 20, 60, 120, 200°C et les vitesses moyennes de condensation $11 \pm 2 \text{ \AA/s}$. à 20, 60, 120°C et $6 \pm 1 \text{ \AA/s}$. à 200°C .

1) Résistivité et mobilité

La figure 8 montre la résistivité en fonction de l'épaisseur. Pour 20°C , il existe une dispersion assez forte qui peut s'expliquer par le fait qu'à cette température le chauffage de la nacelle joue un rôle perturbateur important. D'autre part, des couches réalisées sur des supports mica muscovite d'origine différente ou clivé juste avant l'évaporation ont la même résistivité.

En fonction de la température, les résistivités varient linéairement; les sensibilités thermiques que nous avons obtenues sont les suivantes:

$$\begin{aligned} &-4 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C} \text{ pour } 0,1 - 0,2 \text{ ohm-cm} \\ &-7 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C} \text{ pour } 0,5 \text{ ohm-cm} \\ &-3,5 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C} \text{ pour } 0,01 \text{ ohm-cm} \end{aligned}$$

Ces valeurs ont été obtenues dans le domaine de température 25-125 $^{\circ}\text{C}$.

La figure 9 présente les mobilités mesurées à la température ambiante de couches déposées sur du mica. Pour les résistivités inférieures à $4 \times 10^{-2} \text{ ohm-cm}$, la mobilité prend rapidement de fortes valeurs; pour les résistivités élevées (supérieures à 0,5 ohm-cm), on retrouve les valeurs des mobilités des couches sur vycor. Nous avons tracé, sur la figure 10, les variations de la mobilité en fonction de la température pour trois couches sur mica; nous y avons adjoint les variations de la mobilité d'une couche sur vycor. Nous obtenons quatre droites dont les pentes sont d'autant plus faibles que les mobilités, à la température ambiante, sont plus élevées.

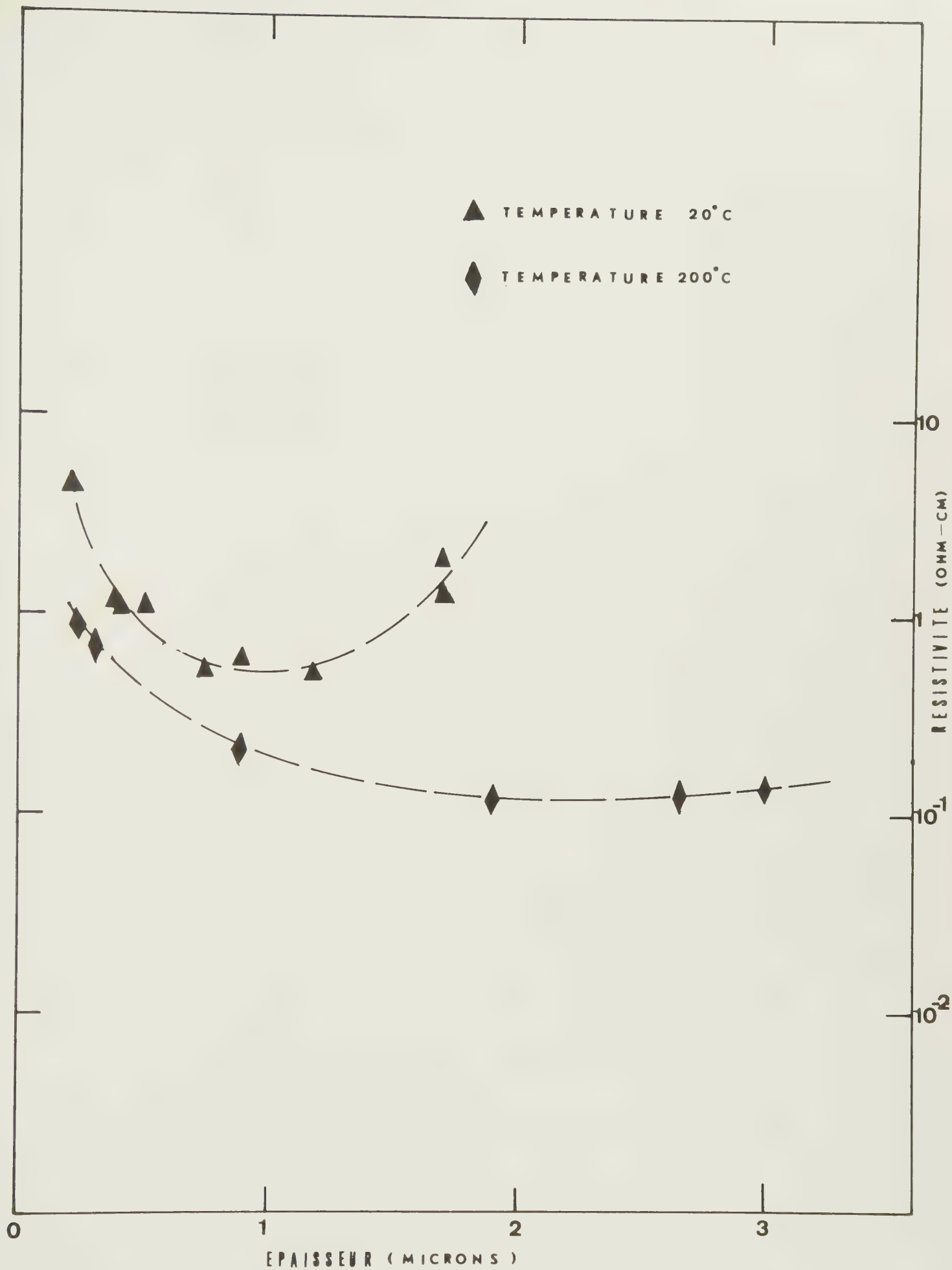


Fig. 8- Résistivité des couches de couches de CdS déposées sur du mica.

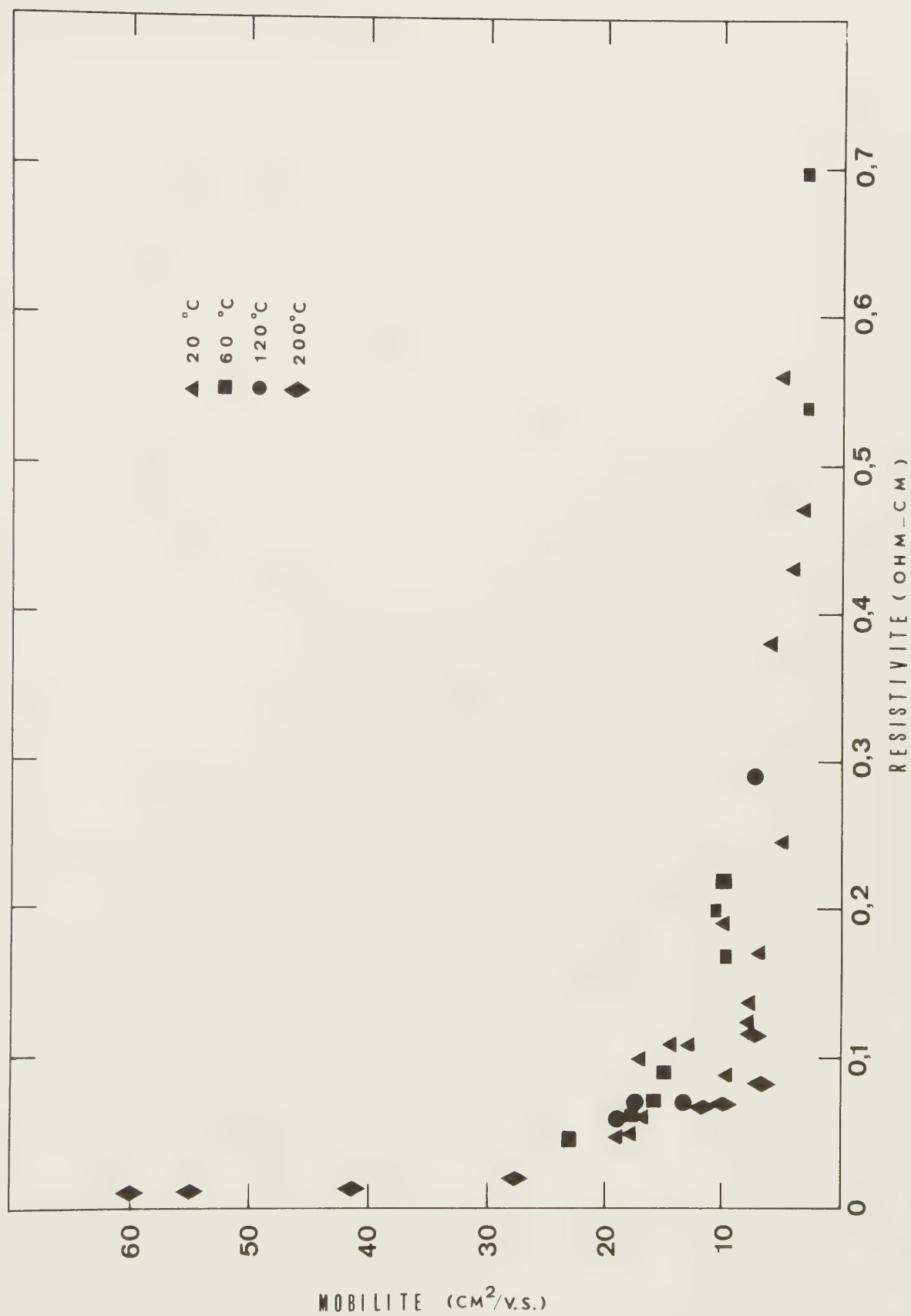


Fig. 9 - Mobilité des couches de CdS déposées sur du mica. Les températures des substrats lors des évaporations sont indiquées.

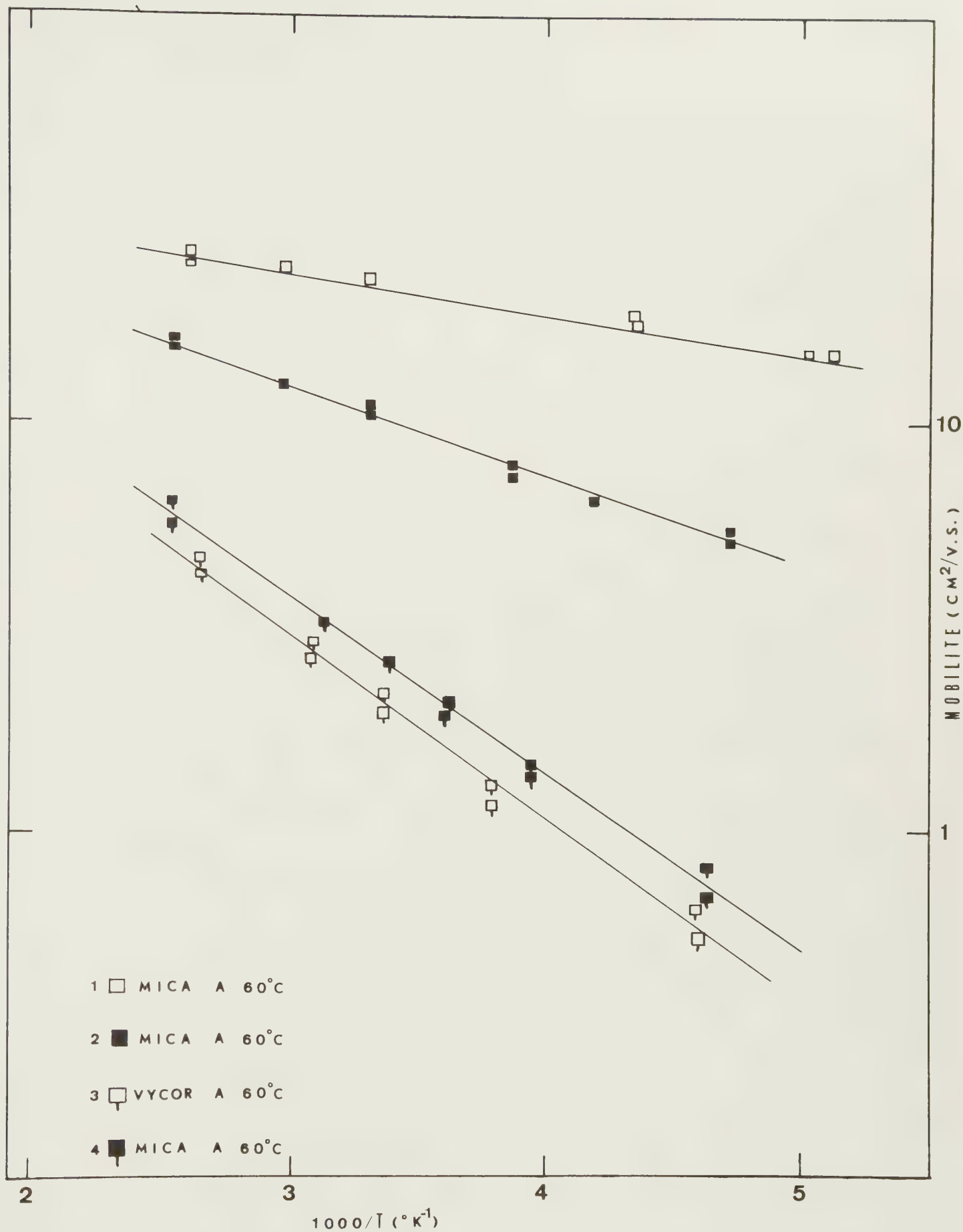


Fig. 10 - Mobilité de quatre couches de CdS en fonction de la température ;
 couche 1 : 0,05 ohm-cm ; couche 2 : 0,2 ohm-cm ; couche 3 : 0,7 ohm-cm ;
 couche 4 : 0,74 ohm-cm.

2) Mesures cristallographiques

La figure 6 présente les indicatrices des axes $\vec{C}$ pour trois couches dont deux obtenues à 200°C et une à 20°C. Ces diagrammes de rayons X montrent que les couches sont très bien orientées. Pour les deux premières couches, on peut même parler d'épitaixie. Les dimensions des cristallites des trois couches sont respectivement les suivantes: 640, 1350, 450 Å, valeurs à $\pm 15\%$ près.

3) Mesures d'élastorésistance

Nous avons mesuré les coefficients extensométriques K_L et K_T ; ils sont négatifs et $-K_T$ a une valeur légèrement supérieure à $-K_L$. Nous avons porté, sur la figure 11, les valeurs de $-K_L$ en fonction de l'épaisseur pour les couches évaporées sur des supports à 20 et 200°C.

Les couches obtenues à 20°C, appelées mica 20, ont pour coefficient $K_L = -22 \pm 5$; la dispersion est importante. Les couches obtenues à 200°C, appelées mica 200, ont des coefficients $-K_L$ qui sont faibles: inférieurs à 3. Des mesures faites sur des couches obtenues à 60 et 120°C donnent des coefficients $-K_L$ qui sont de l'ordre de 10.

Les tableaux ci-dessous donnent les valeurs de $K_L - K_T$ mesurées:

Pour les supports à 20°C

épaisseur (micron)	0,2	0,4	0,8	1,7
$K_L - K_T$	7	3	3 (2-4)	1

Pour les supports à 200°C

épaisseur (micron)	0,3	0,9	1,9	2,7	3
$K_L - K_T$	-0,3	0,8	1,2	1,2	1,2

Les valeurs de $K_L - K_T$ pour les couches mica 20 sont très voisines de celles obtenues pour les couches vycor.

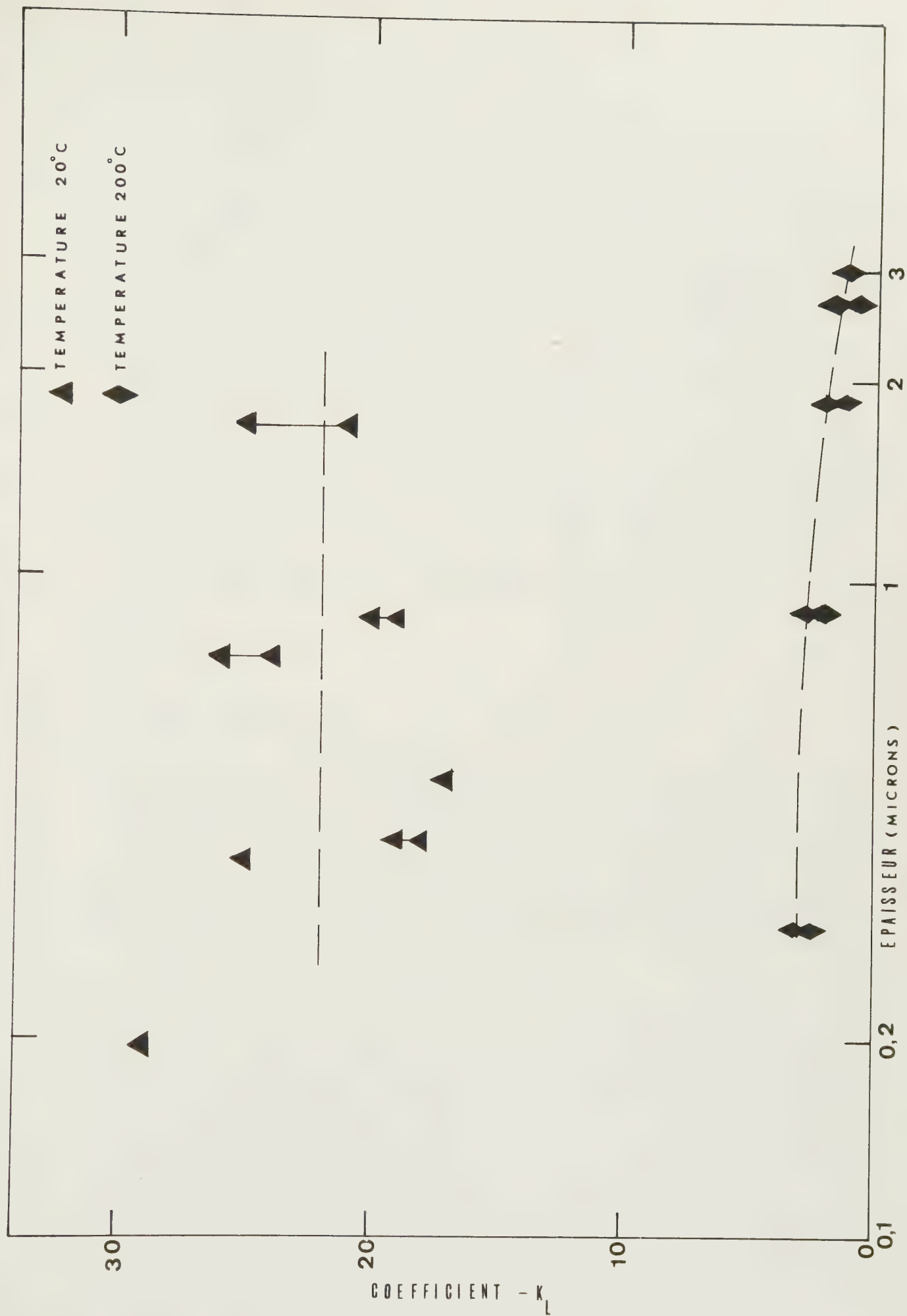


Fig. 11 - Coefficient $-K_L$ pour les couches de CdS déposées sur du mica.

II. Couches de tellure

1. Préparation des couches

Les couches sont obtenues par évaporation thermique de polycristaux de tellure; le vide, meilleur que 1×10^{-7} Torr en début d'évaporation, est réalisé à l'aide d'une pompe ionique et d'une sublimation de titane. La nacelle contenant le tellure est en quartz. Elle est fermée par un obturateur conique; pour chaque évaporation, nous avons contrôlé les températures de la nacelle, des substrats et la vitesse de condensation. Le matériau d'origine est du tellure polycristallin; des mesures d'effet Hall effectuées sur un échantillon ont donné des mobilités de $400 \text{ cm}^2/\text{v.s.}$ à 300°K et $1600 \text{ cm}^2/\text{v.s.}$ à 77°K et un nombre de porteurs de 10^{15} cm^{-3} à 77°K . Pour chaque évaporation, il est prévu une couche témoin servant à mesurer l'évolution des couches de tellure sous vide.

2. Résultats

a) Tellure pur

Nous avons réalisé des évaporations en utilisant divers paramètres: la température des substrats est 20 ou 130°C , la vitesse moyenne de condensation $1, 5, 12$ ou 25 Å/s. , l'épaisseur varie de 1000 à 5000 Å . Pour stabiliser les couches, il est nécessaire de les recuire sous vide; nous avons effectué des recuits de 16 heures à $100-130^\circ\text{C}$ ou de 60 heures à 130°C .

1) Résistivité

Nous avons porté (Fig.12) la résistivité en fonction de l'épaisseur, en distinguant les points correspondant à des paramètres différents. Entre 2000 et 5000 Å , la résistivité des couches sur support vycor est de $5 \pm 1,5 \times 10^{-2} \text{ ohm-cm}$, indépendante de la température des substrats, de la vitesse de condensation et de l'épaisseur. Toutefois, un recuit prolongé abaisse sensiblement la résistivité, ce qui traduit simplement un réarrangement des cristallites: ainsi après 60 heures à 130°C , la résistivité des couches sur support vycor tombe à $3 \times 10^{-2} \text{ ohm-cm}$. Pour 750 Å , la résistivité est de



Fig. 12- Résistivité de couches de tellure en fonction de l'épaisseur. Le recuit a duré 16 h. à 100°C , sauf pour les dernières (20°C , $1 \text{ \AA}/s$) où il dura 60 h. à 130°C .

11×10^{-2} ohm-cm, c'est-à-dire nettement plus forte que pour les épaisseurs 2000 - 5000 Å, ce qui est habituel dans les couches minces. Une couche évaporée sur du kapton a une résistivité de 2×10^{-2} ohm-cm.

La résistivité est une fonction décroissante et non-linéaire de la température. La figure 13 montre la courbe ρ/ρ_0 obtenue pour trois couches: à la température ambiante, la sensibilité est forte, environ $-10 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$.

2) Orientation cristallographique

Des analyses de diffraction aux rayons X révèlent que le tellure se dépose préférentiellement avec son axe $\vec{C}$ dans le plan du substrat. Cette orientation préférentielle est très marquée pour les couches déposées sur du mica. Sur le vycor, elle est très faible et parfois même inexistante; la présence d'impuretés ou de dopant accentue le désordre des couches. Les cristallites ont dans tous les cas des dimensions supérieures à 1500 Å.

3) Mobilité de Hall

Les mobilités de Hall sont portées sur la figure 14, avec la même notation que les résistivités de la figure 13. Toutes les couches obtenues sont de type p; celles réalisées à des vitesses de condensation rapides ont des mobilités nettement plus fortes que les autres: 100 à 200 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$ pour les couches déposées rapidement, 30 à 70 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$ pour celles déposées lentement. D'autre part, un recuit prolongé améliore la mobilité: une couche, obtenue dans des conditions telles que sa mobilité devrait être 30 à 70 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$ après un recuit de 16 heures à 130°C , a une mobilité de 150 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$ après un recuit de 60 heures à 130°C .

On remarque que la couche sur kapton a une mobilité supérieure à toutes les autres: 210 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$; on retrouve là une propriété déjà connue du kapton: il favorise la cristallisation.

Lorsqu'il y a un phénomène parasite, la mobilité chute très vite: ainsi dans l'évaporation 15, la mobilité est 6 au

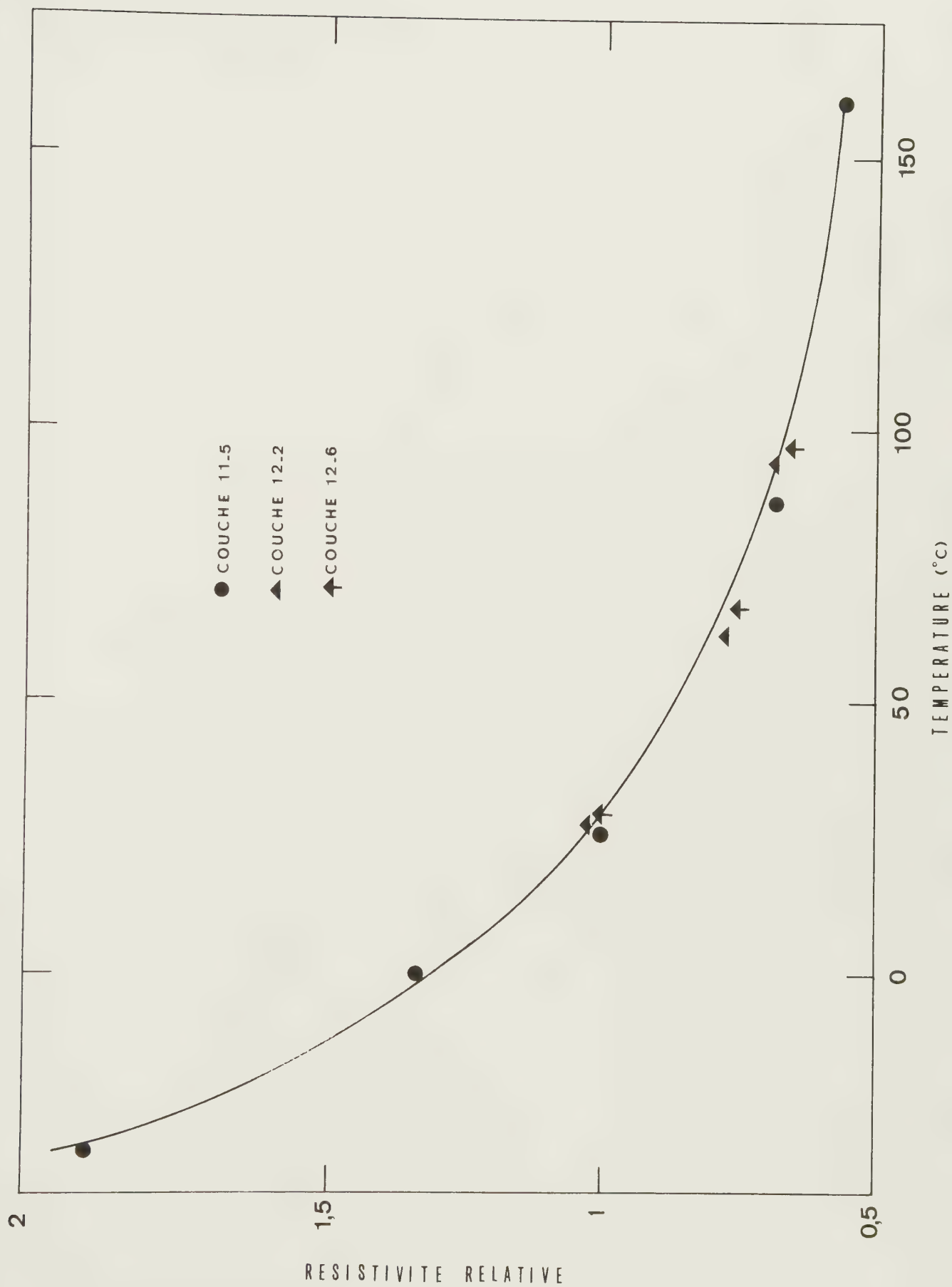


Fig. 13- Variation de la résistivité en fonction de la température.

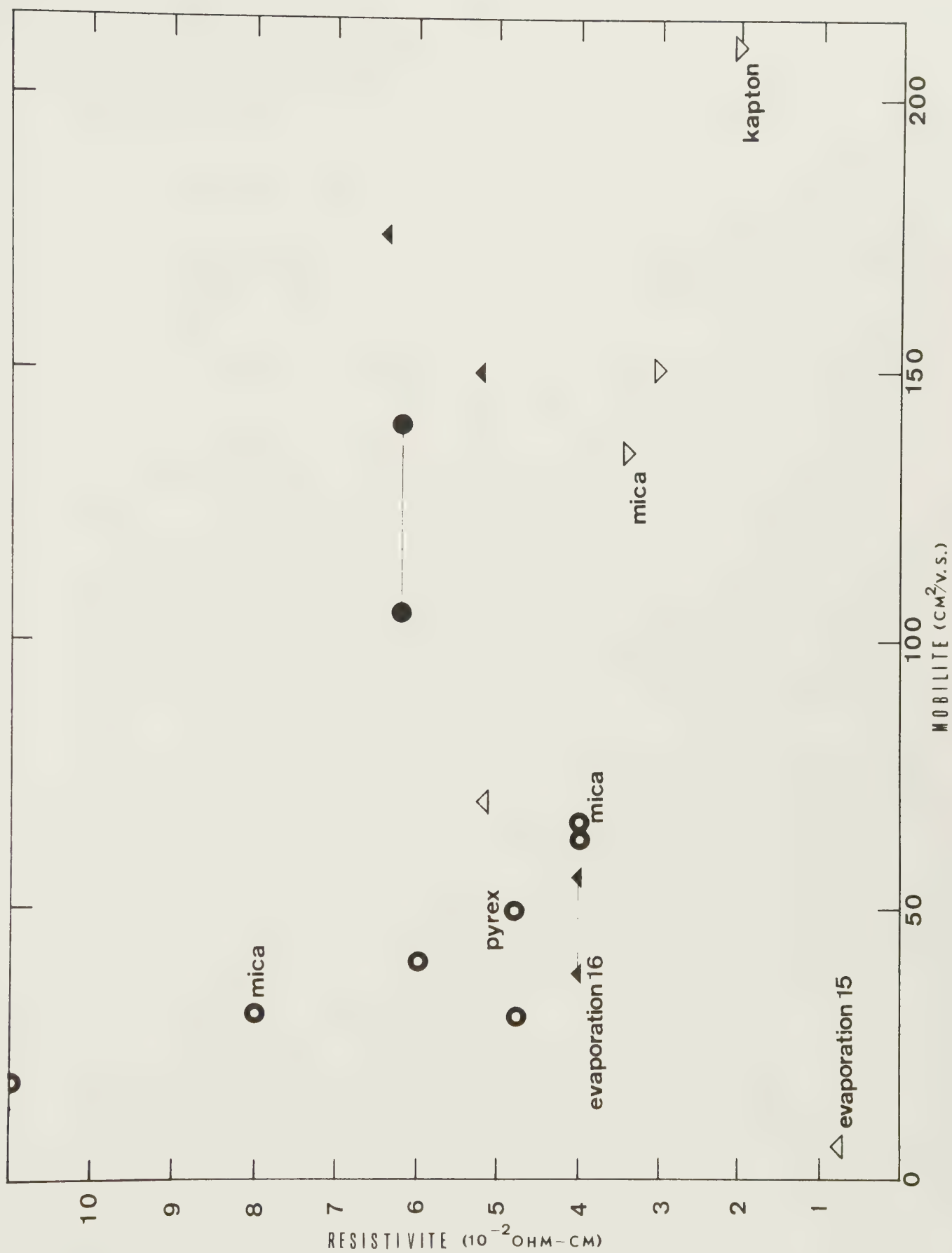


Fig. 14- Mobilité de Hall des couches de tellure - même notation que la figure 12.

lieu de 30 - 70 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$ et ceci est dû à une évaporation parasite; dans l'évaporation 16, la mobilité est 38 - 56 au lieu de 100 - 200 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$, conséquence d'une entrée d'azote avant le recuit.

4) Mesures d'élastorésistance

Nous avons mesuré les coefficients extensométriques de diverses couches en appliquant généralement une déformation de 292×10^{-6} .

Dès la première mesure, il s'est présenté un phénomène de constante de temps: la réponse électrique à une déformation n'est obtenue qu'après 10 minutes ou plus; ceci est venu compliquer nos mesures de coefficient. Des essais d'adhérence couche-support ont donné satisfaction dans la majorité des cas. Cette constante de temps peut venir d'une transmission non satisfaisante de la déformation (une sorte de fluage) ou bien du tellure déposé lui-même. Du tellure en poudre (qualité 5 N) a donné des couches présentant le même phénomène et on observe les mêmes constantes de temps avec les coefficients extensométriques longitudinaux et transversaux.

Il nous a été difficile - et parfois impossible - de distinguer entre la constante de temps et le changement de dérive thermique; la figure 15 montre un exemple. Il nous a paru plus simple et plus efficace d'opérer comme suit: nous mesurons les valeurs des variations de résistance après 1, 5 et 10 minutes; les valeurs après 1 et 5 minutes sont calculées en fonction de celle obtenue après 10 minutes: les rapports sont notés S_1 et S_5 . Ces deux rapports donnent une allure de la forme de la courbe.

Le tableau 1 montre les résultats obtenus avec les premières évaporations. Les valeurs normales de K_L sont comprises entre 30 et 40; toutefois, on obtient des valeurs plus fortes (de l'ordre de 45) grâce à un recuit prolongé (cas de l'évaporation 6) ou avec une entrée d'azote avant le recuit (cas de l'évaporation 16). Les valeurs les plus faibles de K_L sont obtenues pour les évaporations faites à 130°C : 7, 8, 11. Néanmoins, la couche 11-5 a un coefficient K_L de 40.

Les constantes de temps sont supérieures à 10 minutes;

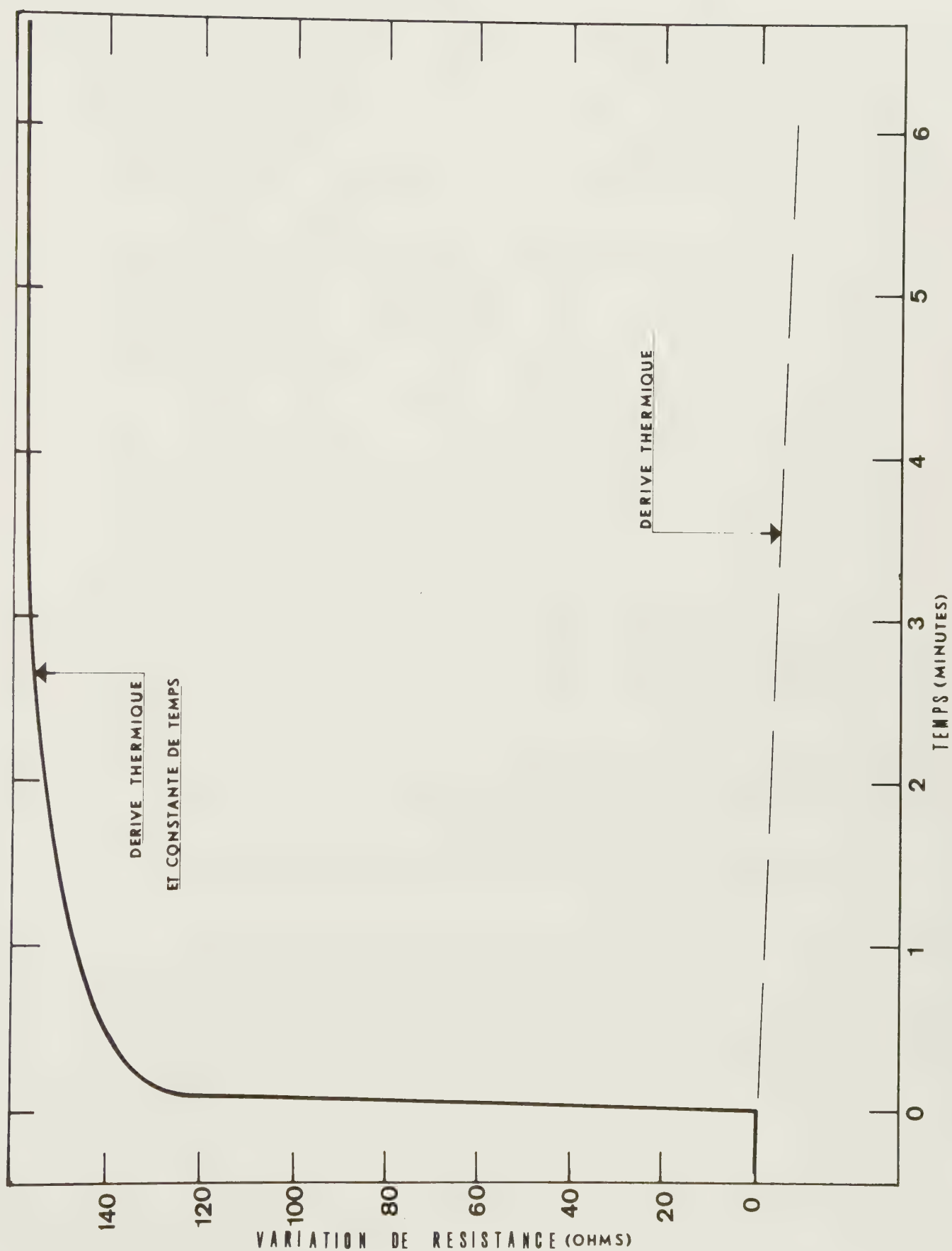


Fig. 15- Evolution de la résistance d'une couche de tellure.

sur mica, nous avons mesuré 6 et 10 minutes, mais ces couches ont subi des déformations de 134×10^{-6} . Après 1 minute, moins de 90 % du signal obtenu après 10 minutes sont généralement obtenus; sur mica, on obtient 92 ou 93 %. Des essais effectués avec une couche sur vycor, en utilisant des déformations de 292×10^{-6} et 29×10^{-6} , montrent que la constante de temps est divisée par 4 lorsque la déformation est divisée par 10 et le signal est amélioré.

N° des couches	substrat	K_L	c^{te} de temps (minutes)	S_1	S_5	remarques
6 - 4	vycor	42,5	> 10	0,87	0,965	
6 - 5	vycor	45	> 10	0,905	0,99	$K_T = 48$
7 - 7	vycor	31,5	10	0,88	0,97	
7 - 3	mica	32	10	0,92	0,99	$\epsilon = 134 \times 10^{-6}$
7 - 8	mica	32	5	0,93	1	$\epsilon = 134 \times 10^{-6}$
8 - 4	pyrex	32				
11 - 5	vycor	40				
11 - 6	vycor	33,5	> 10	0,835	0,95	
13 - 4	vycor	38	> 10	0,88	0,965	entrée d'azote avant le recuit
16 - 2	vycor	45		0,885	0,965	
16 - 3	vycor	45				
17 - 4	vycor	42	> 10	0,905	0,97	tellure polycristallin différent

Tableau 1

Caractéristiques élastorésistantes des couches de tellure

Il y a donc deux difficultés importantes: une sensibilité thermique et une constante de temps très grandes. Afin de les éliminer, nous nous sommes orientés vers le dopage des couches de tellure; nous avons successivement envisagé l'antimoine, le bismuth, l'argent. Il est bien évident que l'apport de ces matériaux modifie les caractéristiques électriques, extensométriques, mécaniques des couches de tellure.

Nous donnons ci-dessous les caractéristiques électriques et élastorésistantes des couches de tellure dopé avec ces trois matériaux.

b) Tellure dopé

1) Tellure dopé à l'antimoine

Nous avons d'abord choisi l'antimoine; il se situe près du tellure dans la table périodique des éléments et leurs caractéristiques sont voisines. De plus, l'antimoine est utilisé pour améliorer les caractéristiques mécaniques du plomb. Nous avons envisagé trois différentes voies.

Nous avons effectué plusieurs évaporations en utilisant un mélange tellure-antimoine dans les conditions suivantes: la pression de gaz résiduel est toujours inférieure à 1×10^{-7} Torr; les substrats en vycor sont maintenus à la température ambiante; la vitesse moyenne de condensation est 20 - 25 Å/s. et l'épaisseur 4000 - 5000 Å. Nous avons utilisé des polycristaux obtenus par fusion de tellure et d'antimoine ou bien un mélange tellure-antimoine en poudre. Toutes les couches sont recuites 16 heures à 100°C dans le vide de l'évaporation.

Le tableau 2 donne les valeurs de K_L et les constantes de temps. Les résistances spécifiques (et les résistivités puisque les couches ont pratiquement une épaisseur constante) sont voisines, sauf pour l'évaporation 22. Les mobilités décroissent lorsque le matériau d'origine contient une quantité d'antimoine croissante. Les coefficients K_L ont les mêmes valeurs que précédemment: 40 et même plus, sauf pour la couche 21-2.

Couche N°	matériau évaporé	R_s (10^3 ohms)	mobilité ($\text{cm}^2/\text{v.s.}$)	K_L	t_c de temps (minutes)	S_1	S_5
18-3	alliage	1,6	106	43,5	> 10	0,895	0,975
18-4	1/1000 Sb	1,6	116				
19-4	alliage 1/100 Sb	1,1	60	46	> 10	0,87	0,965
20-5	poudre 1/100 Sb	1,6		42	> 10	0,895	0,977
21-2	poudre 1/10 Sb	1,2	47	30	10	0,9	0,98
22-2	alliage $10^{18} \text{cm}^{-3} \text{Sb}$	2,4		41,5	10	0,91	0,98

Tableau 2

Caractéristiques électriques et élastorésistances des couches de Te dopé à l'antimoine.

Les constantes de temps sont du même ordre qu'avec le tellure pur: 10 minutes et plus. Après 1 minute, on obtient 90 % ou moins du signal obtenu après 10 minutes. Il n'y a donc aucun progrès par rapport aux résultats précédents.

Quelques couches des séries 20 et 22 ont été recuites à 150°C dans un vide primaire; chaque couche a été mise dans une ampoule particulière en présence d'antimoine. Les couches 20-2, 20-3, 20-4 ont été recuites deux fois. Le tableau 3 montre les valeurs des coefficients K_L et des constantes de temps. Les résistances spécifiques sont inférieures à celles du tableau précédent; mais on trouve le même rapport entre les couches 20-5 et 20-2, 20-3, 20-4 et entre les couches 22-2 et 22-3, 22-4; il est de 1,6. Les coefficients K_L sont dans la gamme 30-40. Les constantes de temps sont inférieures à 10 minutes et la forme des signaux est améliorée après un recuit prolongé (12 jours ou plus).

Couche N°/ Recuit à 150°C en heures	R_S (10^3 ohms)	mobilité ($\text{cm}^2/\text{v.s.}$)	K_L	t_c de temps (minutes)	S_1	S_5
20-2 / 24	0,8		36	5	0,9	1
20-3 / 48	0,9		41	6	0,925	0,99
20-4 / 72	0,95		37	9	0,895	0,98
20-2 / 96	0,9	93	33	10	0,88	0,96
20-3 / 120	1	117	43,5	5	0,97	1
20-4 / 144	1	42	37	7	0,945	0,99
22-3 / 288	1,7		24,5	4	0,98	1
22-4 / 312	1,6	73				

Tableau 3

Caractéristiques électriques et élastorésistantes après recuit des couches de Te dopé à l'antimoine.

Nous avons ensuite effectué les diffusions d'antimoine dans le vide même de l'évaporation de tellure. Les températures utilisées sont: 200, 330, 350 et 410°C; les deux dernières ont provoqué le dépôt d'une fine couche d'antimoine. Le tableau 4 présente les résultats. Les résistances spécifiques diminuent

fortement lorsque les quantités d'antimoine sont importantes: il existe un rapport 7 entre les couches 27-4 et 24-4.

Les coefficients K_L sont plus faibles que précédemment et la couche 27-4 a un coefficient K_L voisin de celui mesuré par Parker (1) et Laniepcce (10). La forme des signaux obtenus est plus satisfaisante que précédemment. Néanmoins, leur forme n'est pas carrée. Ainsi, l'antimoine permet de diminuer la résistivité, mais le problème fondamental de la constante de temps n'est pas résolu.

Couche N°/ Temps (heures) Température (°C)	R_S (10^3 ohms)	mobilité ($\text{cm}^2/\text{v.s.}$)	K_L	t_c de temps (minutes)	S_1	S_5
24-4 / 20 h. à 200°C	2,1	86	31	8	0,9	0,98
25-3 / 30 h. à 330°C	0,7	60	26,5	5	0,93	1
26-1 / 20 h. à 350°C (dépôt de Sb)	0,4			12	0,93	0,975
27-4 / 20 h. à 410°C (dépôt de Sb)	0,3	54	23,5	5	0,95	1

Tableau 4

Caractéristiques électriques et élastorésistantes des couches de Te dopées à l'antimoine (sous vide).

2) Tellure dopé au bismuth

Nous avons fait une évaporation avec des polycristaux de tellure ayant une concentration de 10^{16}cm^{-3} de bismuth et deux couches ont été recuites dans un vide primaire. Les résistances spécifiques sont grandes: environ 2×10^3 ohms. Les couches sont de type p et les mobilités sont fortes: $210 \text{cm}^2/\text{v.s.}$ Les coefficients K_L ont des valeurs de l'ordre de 40 à 50; la forme du signal et les constantes de temps sont les mêmes que précédemment avec l'antimoine.

3) Tellure dopé à l'argent

Plusieurs évaporations ont été réalisées en utilisant

l'argent comme dopant; pour l'évaporation 28, on a déposé une fine couche d'argent sur les couches de tellure dans le même vide et les échantillons sont recuits 16 heures à 100°C. Pour l'évaporation 29, on a diffusé l'argent dans les couches de tellure à 630°C pendant 16 heures, les couches étant à 100°C.

Le tableau 5 présente les résultats: il y a deux phénomènes intéressants. Les couches 28-2, 28-3, 28-4 ont des constantes de temps petites: de l'ordre d'une minute; ce qui est encore excessif mais représente un énorme progrès par rapport aux résultats précédents.

Couche N°/ Traitement	R_S (10^3 ohms)	mobilité ($\text{cm}^2/\text{v.s.}$)	K_L	c^{tc} de temps (minutes)	S_1	S_5
28-2 / Dépôt d'Ag	1,9		18,5	1	1	1
28-3 / Dépôt d'Ag	1,7		18,5	1	1	1
28-4 / Dépôt d'Ag	2	94	28	0,5	1	1
29-2 / 16 h. à 630°C	2,1	86	61	>10	0,905	0,97
29-3 / 16 h. à 630°C	1,8	87	57	>10	0,905	0,975

Tableau 5

Caractéristiques électriques et élastorésistantes
des couches de Te dopées à l'argent (sous vide).

D'autre part, les couches 29-2 et 29-3 donnent les valeurs les plus fortes du coefficient K_L que nous ayons obtenues: de l'ordre de 60 avec de fortes constantes de temps. Mais ces couches ne sont pas stables: plusieurs essais d'oxydation ont été faits avec la couche 29-2; le tableau 6 montre les résultats: on observe une décroissance de K_L , de la résistance spécifique et de la constante de temps.

Temps d'oxydation et température	R_S (10^3 ohms)	K_L	c^{te} de temps (minutes)	S_1	S_5
	2,2	60	>10	0,9	0,97
100 h. à l'air	2,2	50	>10	0,89	0,97
24 h. à 150°C avec O_2	1,5	47	>10	0,9	0,975
16 h. à 180°C à l'air	1,5	47	>10	0,94	0,99
20 h. à 250°C avec O_2	1,2	39	7	0,97	0,995

Tableau 6

Caractéristiques élastorésistantes des couches de Te dopées à l'Ag (série 29) après oxydation.

c) Etude de trois couches en fonction de la température

Nous avons mesuré, en fonction de la température, les valeurs de la résistivité, de la mobilité de Hall et du coefficient de Hall pour trois couches qui ont la même épaisseur de 5000 Å. Le tableau 7 donne les caractéristiques des couches.

couche N° support	matériau	nb de porteurs apparent (cm^{-2})	vitesse de condensation (Å/s.)	orientation préférentielle
7-3 mica à 130°C	Te	3×10^{18}	1	axe $\vec{C}$ dans le plan
23-2 vycor à 20°C	alliage Te-Bi	3×10^{17}	25	aucune
29-3 vycor à 20°C	Te+Ag	8×10^{17}	25	aucune

Tableau 7

Caractéristiques des trois couches.

Nous avons comparé les résultats obtenus avec ceux présentés par différents auteurs pour des monocristaux de

tellure ou d'alliages de tellure, selon le tableau 8.

matériau	nb de porteurs (cm^{-3})	résistivité à 300°K suivant l'axe $\vec{C}$ (ohm-cm)	auteurs
Te pur	7×10^{14}	0,4	Hermann Oelgart(14)
Te pur		0,5	Düsterhöft Fritze, Link (15)
alliage Te + 0,1%Sn	$2,2 \times 10^{17}$ (à 100°K)	$1,6 \times 10^{-2}$	Fischer(16) Hedgcock
alliage Te + 0,1%Sb	$1,3 \times 10^{19}$ (à 100°K)	$1,9 \times 10^{-2}$	"

Tableau 8

Caractéristiques des cristaux de Te et d'alliages de Te.

1) Résistivité

La figure 16 présente les résistivités des trois couches. Les courbes relatives aux dépôts 7-3 et 29-3 ont des parties rectilignes et parallèles entre 250 et 375°K; l'équation de ces droites s'écrit:

$$\text{Log } \rho = 400/T + B$$

où B est une constante relative à une couche.

Sur la figure 16bis, nous avons ajouté les résistivités suivant l'axe $\vec{C}$ des monocristaux de Te et d'alliages de Te. On voit que les résistivités des couches de Te varient dans le même sens que celles des échantillons de Te monocristallin, notamment les courbes relatives aux couches 7-3 et 29-3 présentent une courbure analogue à celle trouvée pour le tellure. La couche 23-2 (alliage Te-Bi) dont la résistivité varie peu avec la température a un comportement qui se rapproche de celui des alliages Te-Sn, Te-Sb.

2) Mobilité de Hall

A la température ambiante, les trois couches ont des mobilités très différentes: 57, 210, 90 $\text{cm}^2/\text{v.s.}$ Mais

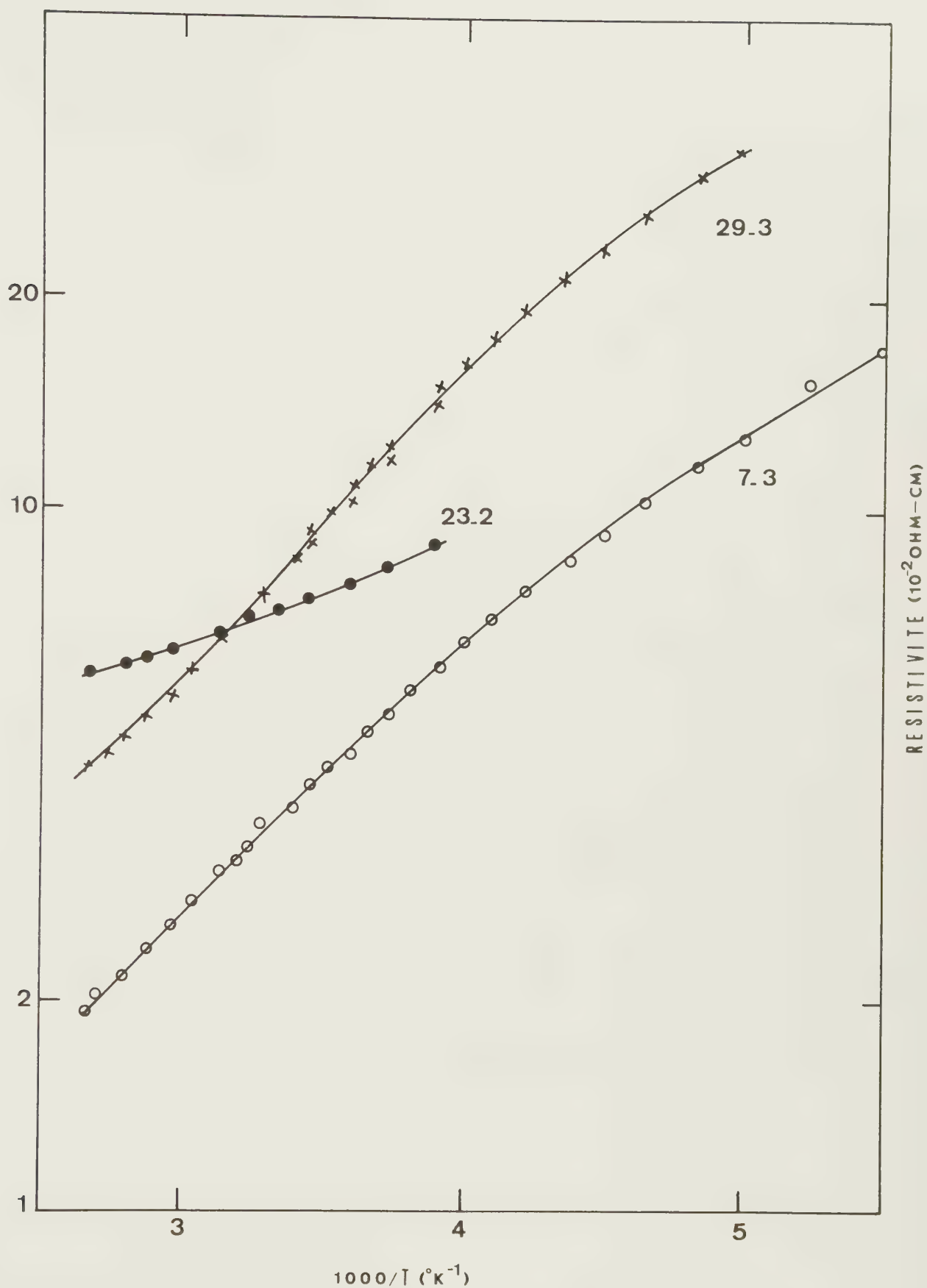


Fig. 16- Résistivité de trois couches en fonction de la température; couche 7-3, tellure pur; couche 23-2, tellure dopé au Bi; couche 29-3, tellure pur et diffusion d'Ag.

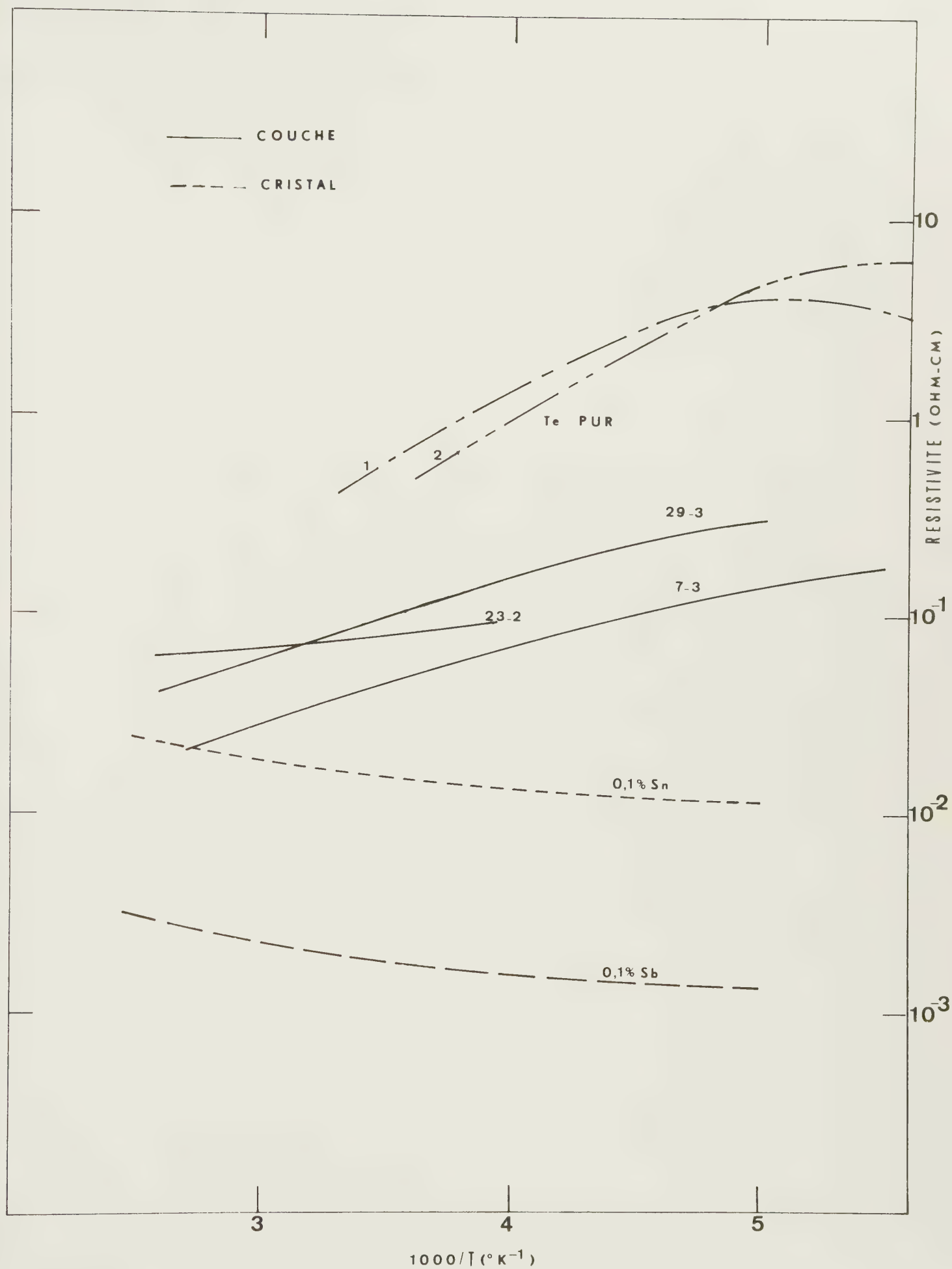


Fig. 16bis- Résistivité des trois couches et de cristaux de tellure en fonction de la température.

nous avons vu que les conditions d'évaporation, et notamment la vitesse de condensation, jouent un rôle très important sur la mobilité. En examinant la figure 17, on voit que la mobilité de la couche de tellure pur est une fonction sensiblement exponentielle en $1/T$. Le résultat le plus intéressant est celui obtenu avec la couche 23-2: la mobilité est forte et passe par un maximum aux environs de la température ambiante. Nous avons trouvé une allure de courbe semblable avec la couche 12-2, couche de tellure pur obtenue à une vitesse rapide et qui avait aussi une mobilité de $200 \text{ cm}^2/\text{v.s.}$ à la température ambiante.

3) Coefficient de Hall

Pour les trois couches, le coefficient de Hall est une fonction décroissante de la température, comme le montre la figure 18. Cette décroissance est faible pour la couche 7-3; elle est notablement plus forte pour les deux autres. Sur la figure 18bis, nous avons porté les coefficients de Hall des monocristaux de Te et d'alliages de Te. Le tellure monocristallin devient intrinsèque vers 240°K (14) et présente un coefficient de Hall qui varie très rapidement autour de cette température. Les trois couches de tellure ont des variations semblables à celles présentées par l'alliage Te-Sn (16) et pour la couche 23-2, les valeurs du coefficient de Hall sont très voisines de celles de cet alliage.

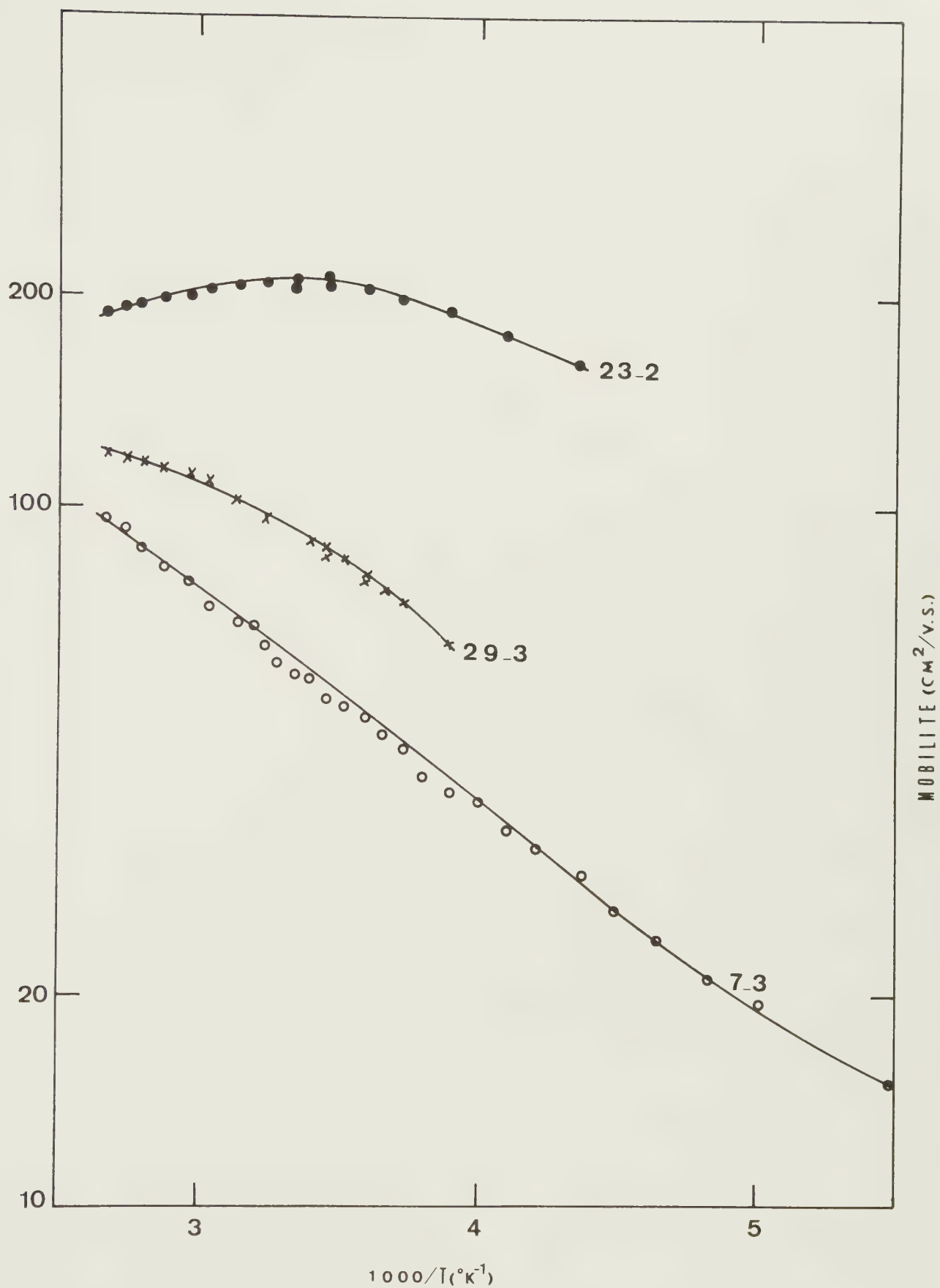


Fig. 17 - Mobilité de Hall en fonction de la température pour les trois couches.

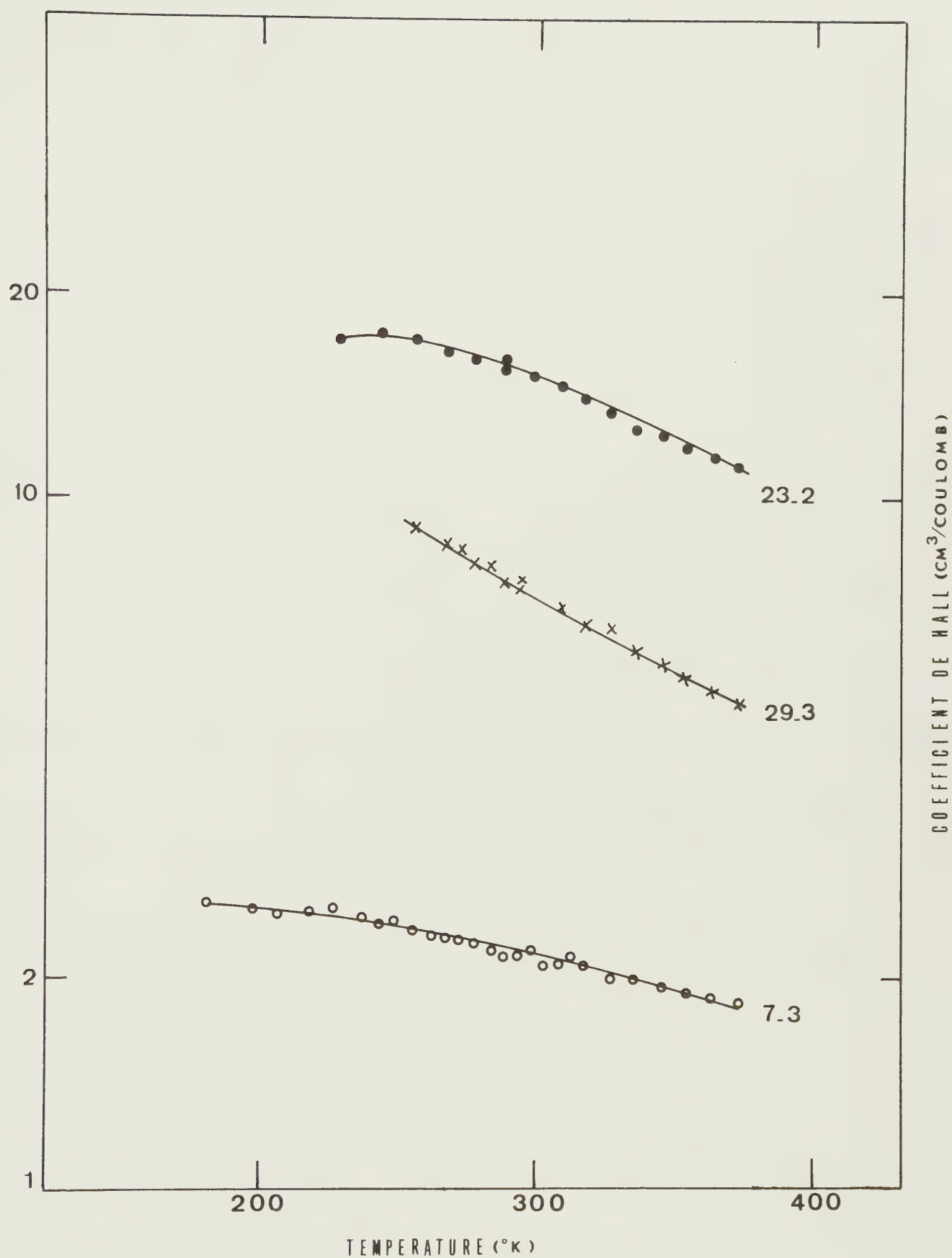


Fig. 18 - Coefficient de Hall en fonction de la température pour les trois couches.

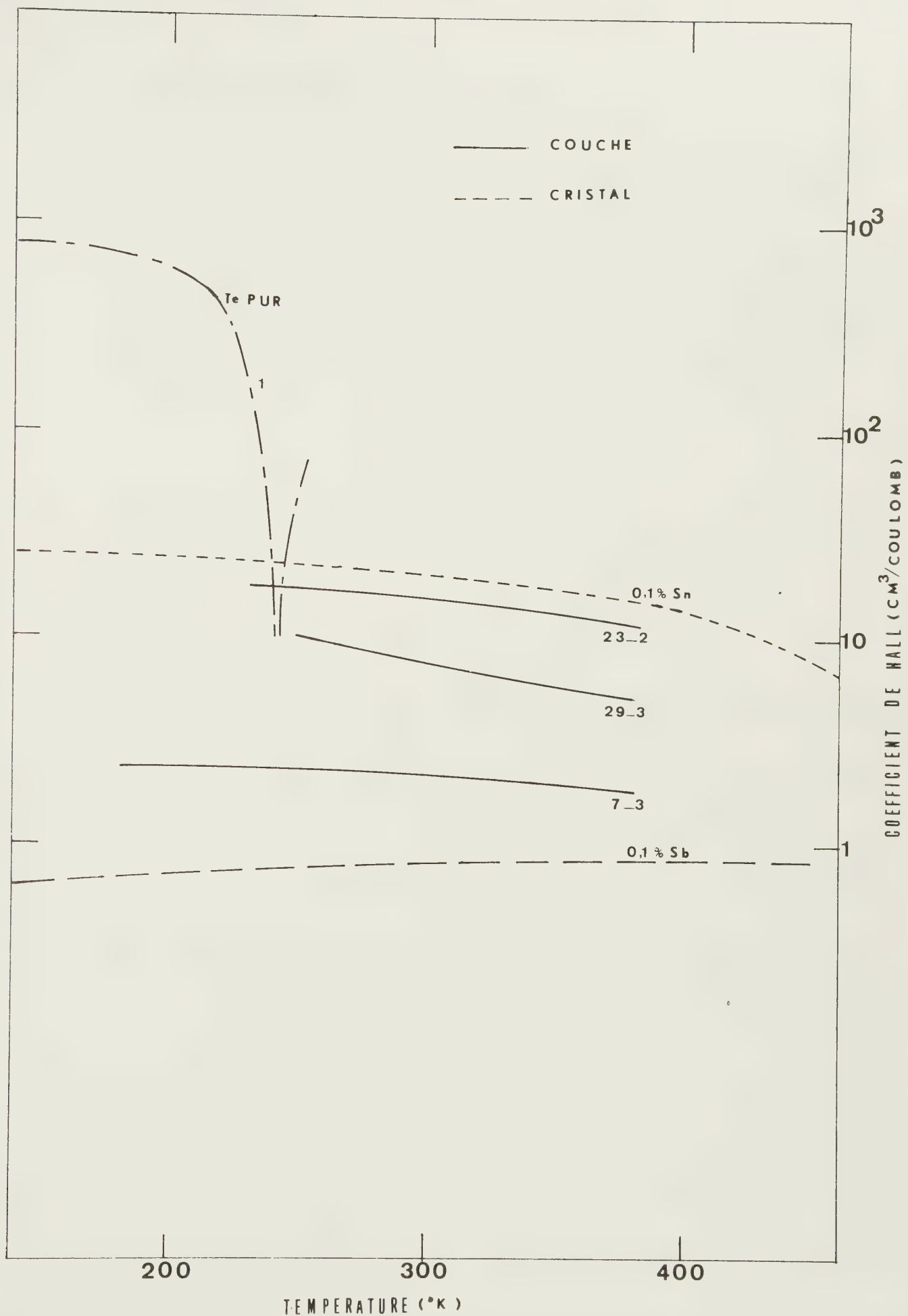


Fig. 18bis- Coefficient de Hall des trois couches et de cristaux de tellure en fonction de la température.

III. Utilisation des résultats

Dans l'introduction, nous avons énuméré quelques caractéristiques nécessaires pour l'utilisation des couches minces comme éléments sensibles élastorésistants.

Les couches de CdS que nous avons obtenues satisfont une ou plusieurs de ces exigences mais pas toutes à la fois: c'est ainsi que nous avons réalisé des couches présentant de faibles résistivités et de faibles dérives thermiques: à 200°C sur mica, les valeurs obtenues sont les suivantes:

$$\begin{aligned}\rho &= 0,01 \text{ ohm-cm} \\ \Delta R/R \Delta t &= -3,5 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C} \\ e &= 1 \text{ micron}\end{aligned}$$

Le mica est d'un usage courant assez délicat; et sur vycor à 200°C, les valeurs obtenues pour la résistivité et la dérive thermique sont notablement plus élevées:

$$\begin{aligned}\rho &= 0,2 \text{ ohm-cm} \\ \Delta R/R \Delta t &= -4,5 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C} \\ e &= 6 \text{ microns}\end{aligned}$$

D'autre part, certaines couches de CdS présentent des coefficients extensométriques de 20 et même 25.

Le compromis le plus satisfaisant est réalisé par les couches ayant les caractéristiques suivantes:

$$\begin{aligned}\rho &= 0,2 \text{ ohm-cm} \\ \Delta R/R \Delta t &= -4,5 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C} \\ K_L &= -6 \\ e &= 6 \text{ microns}\end{aligned}$$

et ces couches ont été obtenues dans les conditions suivantes:

support : vycor 7913
température: 200°C
du support
vitesse de : $6 \pm 1 \text{ Å/s.}$
condensation
vide : $1 \times 10^{-6} \text{ Torr}$

Des mesures effectuées pendant un mois sur six couches ayant des caractéristiques différentes ont donné:

$\Delta R/R \leq 1\%$ à la température ambiante
et les valeurs de K_L varient de $\pm 5\%$ autour de la valeur moyenne.

Pour le tellure, la présence d'une constante de temps importante interdit toute utilisation des résultats. Toutefois,

les évaporations faites avec un dépôt d'argent montrent que le problème de la constante de temps n'est pas insoluble. Les valeurs importantes obtenues dans certains cas (supérieures à 60) indiquent l'existence de possibilités intéressantes.

INTERPRETATION DES RESULTATS

Nous allons, dans ce chapitre, calculer les coefficients K_L et K_T , en utilisant le modèle de conductivité proposé par Bube (6) et vérifier l'accord entre ces calculs théoriques et les résultats expérimentaux.

Selon le modèle de Bube, une couche mince est constituée de cristallites de dimensions $l_1 \times l_1$, de résistivité ρ_1 (parallèlement au plan du support) et de mobilité de Hall μ_1 séparés par des joints de grains de dimensions $l_2 \times l_1$, de résistivité ρ_2 et de mobilité μ_2 . Cristallites et joints de grains sont disposés régulièrement selon le modèle bidimensionnel de la figure 19 et présentent une conductivité de même type. De plus, ce modèle où l'épaisseur n'intervient pas suppose que les cristallites (et les joints de grains) ont des caractéristiques électriques identiques dans toute l'épaisseur de la couche. Dans nos calculs, nous utiliserons comme cellule un cristallite (région 1) entouré de deux côtés par des joints de grains (régions 2 et 3) comme le montre le schéma de la figure 19.

Pour le CdS qui est un composé, il est nécessaire de caractériser chaque couche par les conditions expérimentales d'obtention; de plus, les résultats précédemment exposés montrent que la résistivité et le nombre de porteurs apparents varient fortement avec l'épaisseur. Afin de tenir compte de ces variations, nous avons introduit des gradients de résistivité et de mobilité de Hall en fonction de l'épaisseur, généralisant ainsi le modèle initial.

Pour le Te, la résistivité expérimentale est pratiquement constante (pour une épaisseur variant de 2000 à 5000 Å) et les examens aux rayons X indiquent des dimensions en épaisseur des cristallites supérieures à 1500 Å. Il est donc logique d'utiliser pour ces couches le modèle de Bube.

I. Couches de CdS

1. Résistivité et mobilité de Hall

a) Résistivité

Deux chemins sont utilisables par le courant qui

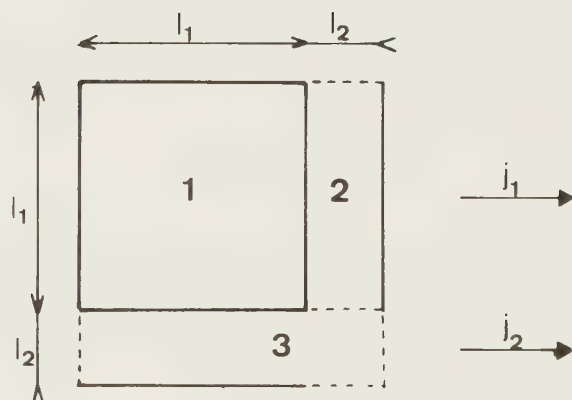
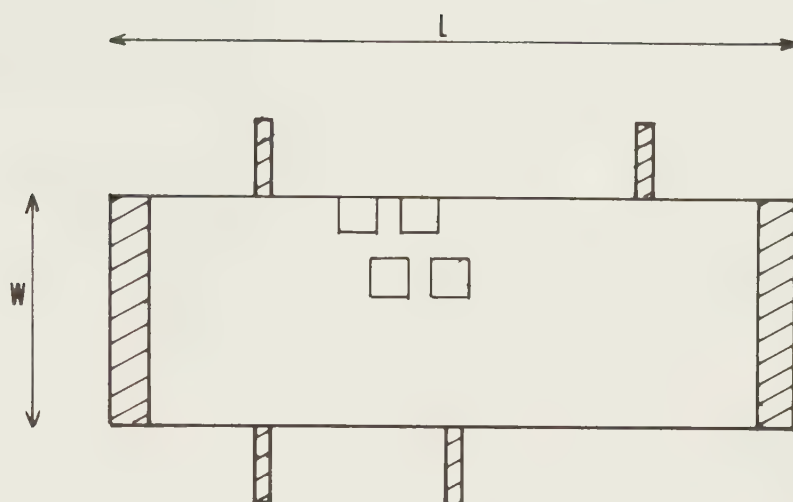


Fig. 19 - Schéma d'une couche selon le modèle de Bube et d'une cellule unité.

traverse une cellule et la densité de courant se répartit, selon le schéma de la figure 19, en une densité j_1 qui traverse le cristallite (région 1) et le matériau de joint de grain (région 2) et en une densité j_2 qui traverse le matériau de joint de grain (région 3).

Considérons une couche d'épaisseur de telle que ρ_1 et ρ_2 soient constantes dans cette épaisseur. Chaque cellule de cette couche comprend trois résistances:

$$R_1 = \rho_1 l_1 / l_1 de \quad R_2 = \rho_2 l_2 / l_1 de \quad R_3 = \rho_2 (l_1 + l_2) / l_2 de$$

La résistivité calculée ρ de cette cellule est donc:

$$\rho = \rho_1 (1 + \beta / \alpha) \frac{1 + \beta}{1 + \beta + \beta^2 + \alpha \beta}$$

en appelant α le rapport ρ_1 / ρ_2 et β le rapport l_2 / l_1 .

La couche totale a pour résistivité cette même valeur ρ .

Pratiquement, les deux quantités α et β sont toujours très inférieures à 1 et l'expression de ρ se simplifie:

$$\rho = \rho_1 (1 + \beta / \alpha) \quad (1)$$

La résistance totale de la couche d'épaisseur e est la somme des résistances de résistivité ρ qui sont en parallèle:

$$R = \frac{L}{W} \int_0^e \frac{1}{\rho} de$$

La résistivité moyenne de la couche est définie par:

$$\bar{\rho} = \frac{e}{\int_0^e \frac{1}{\rho} de} \quad (2)$$

b) Mobilité de Hall

La mobilité de Hall μ de l'élément de couche d'épaisseur e et de résistivité ρ_1 et ρ_2 constantes a pour valeur, selon le calcul de Bube:

$$\frac{\mu}{\rho_1} = \frac{\alpha}{\alpha + \beta} + \beta \frac{\mu_2}{\mu_1} \quad (3)$$

en utilisant α et $\beta \ll 1$; μ_1 et μ_2 sont les mobilités de Hall des cristallites et des joints de grains.

Expérimentalement, on mesure une mobilité moyenne $\bar{\mu}$, dont on peut calculer la valeur à partir de la relation (3):

$$\bar{\mu} = \frac{1}{e} \int_0^e \mu de = \frac{1}{e} \int_0^e \rho_1 \mu_1 / \rho de + \beta \frac{1}{e} \int_0^e \mu_2 de$$

Dans cette expression, μ_1 est une caractéristique du matériau constituant les cristallites. Pour nos calculs, nous avons supposé que μ_1 est invariant en fonction de l'épaisseur.

D'autre part, $\beta \bar{\mu}_2 \ll \bar{\mu}$, car les deux inégalités suivantes sont toujours vérifiées:

$$\beta \ll 1 \quad \text{et} \quad \bar{\mu}_2 \leq \bar{\mu}$$

et l'expression de $\bar{\mu}$ s'écrit plus simplement:

$$\bar{\mu} = \mu_1 / e \int_0^e \rho_1 / \rho de \quad (4)$$

c) Application des relations précédentes

Expérimentalement, on mesure $\bar{\rho}$ et $\bar{\mu}$; on obtient donc $\rho(e)$ à partir de la relation (2). La relation (4) donne $\rho_1(e)$ à condition de fixer une valeur pour μ_1 . Nous avons pris pour μ_1 une valeur égale à k fois la valeur maximale de la mobilité de Hall obtenue expérimentalement; c'est-à-dire que nous avons admis que l'imperfection des couches obtenues, imperfection due aux joints de grains et à la désorientation de certains cristallites, se traduit quantitativement par un facteur k entre les mobilités des couches et des cristaux. D'autre part, ce facteur est spécifique aux conditions d'obtention des couches. Pour les couches mica 200, mica 20, vycor 200 et vycor 20, nous avons calculé et tracé les courbes $\rho(e)$ -figure 20- et $\rho_1^0(e)$ -figure 21- Les valeurs de ρ_1 et ρ_1^0 sont liées par

$$\rho_1^0 = k \rho_1$$

et les courbes ρ_1^0 ont été tracées en utilisant:

$$\mu_1 = 60 \text{ cm}^2/\text{v.s.} \quad \text{pour les couches mica 200}$$

$$\mu_1 = 20 \text{ cm}^2/\text{v.s.} \quad \text{pour les couches mica 20}$$

$$\mu_1 = 2,5 \text{ cm}^2/\text{v.s.} \quad \text{pour les couches vycor 200 et vycor 20}$$

Les valeurs de k sont bornées de la manière suivante:



Fig. 20 - Résistivité calculée des couches de CdS.



Fig. 21 - Résistivité calculée ρ_1^0 des cristallites des couches de CdS.

La valeur minimale de k est déterminée par la condition $\rho_1 \leq \rho$; et la valeur maximale par la valeur maximale de la mobilité des cristallites: par comparaison avec les monocristaux, nous avons pris $240 \text{ cm}^2/\text{v.s.}$ Nous obtenons les valeurs suivantes pour k :

$$\begin{aligned} 1,6 < k < 4 & \text{ pour les couches mica 200} \\ 1 < k < 25 & \text{ pour les couches mica 20} \\ 1,8 < k < 100 & \text{ pour les couches vycor 200} \\ & \text{et vycor 20} \end{aligned}$$

2. Coefficients extensométriques

Lorsqu'une déformation ϵ est appliquée aux couches définies précédemment, elle provoque des variations des résistivités ρ_1, ρ_2 et des longueurs l_1, l_2 . Cette déformation est la même pour toutes les cellules de la couche.

a) Coefficient extensométrique longitudinal K_L

La figure 22 montre une cellule soumise à une déformation $\epsilon = \Delta L/L$. En appelant Δ_1 la variation de l_1 , Δ_2 la variation de l_2 , Δ la variation de $l_1 + l_2$, on peut écrire:

$$\begin{aligned} \Delta_1 &= p\Delta \\ \Delta_2 &= q\Delta = (1-p)\Delta \end{aligned}$$

Considérons une cellule d'épaisseur de dont la résistivité ρ est constante. La déformation ϵ modifie la résistivité ρ qui devient:

$$\rho + \Delta\rho = \frac{(1+\beta+\epsilon)(\rho_2 + \Delta\rho_2) [(\rho_1 + \Delta\rho_1)(1+p\epsilon) + (\rho_2 + \Delta\rho_2)(\beta + q\epsilon)]}{(1+p\epsilon)(1+\beta+\epsilon)(\rho_2 + \Delta\rho_2) + (\beta + q\epsilon) [(\rho_1 + \Delta\rho_1)(1+p\epsilon) + (\rho_2 + \Delta\rho_2)(\beta + q\epsilon)]}$$

Les déformations utilisées sont de l'ordre de 10^{-4} ; c'est-à-dire que ϵ , $p\epsilon$ et $q\epsilon$ sont négligeables devant 1. On peut donc écrire:

$$\rho + \Delta\rho = \rho_1 + \Delta\rho_1 + (\rho_2 + \Delta\rho_2)(\beta + q\epsilon)$$

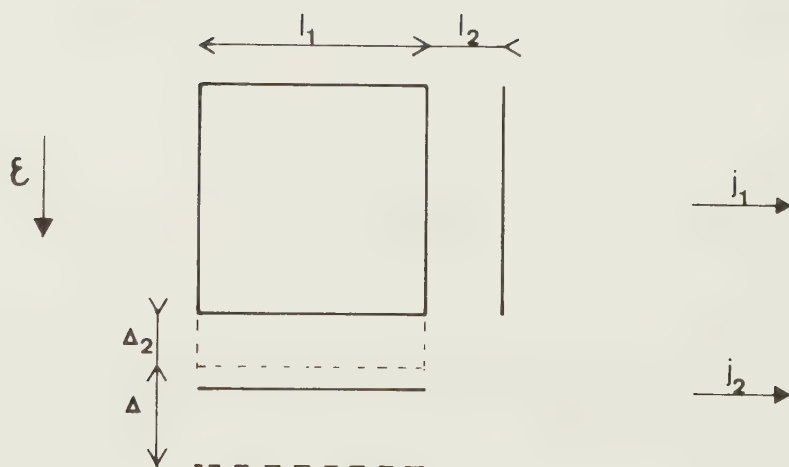
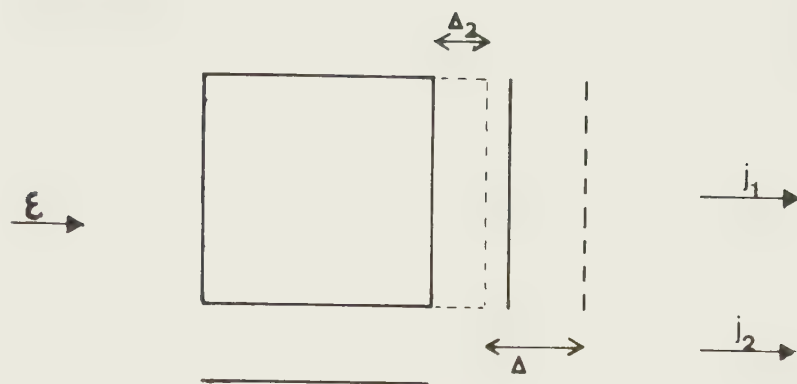


Fig. 22 - Application d'une déformation sur une cellule. En haut, coefficient K_L et en bas, coefficient K_T .

c'est-à-dire:

$$\Delta \rho = \Delta \rho_1 + \beta \Delta \rho_2 + q \varepsilon \rho_2 \quad (5)$$

Le coefficient K_L est par définition égal à $\frac{1}{\varepsilon} \frac{R_\varepsilon - R}{R}$ où R_ε est la résistance après déformation et R , la résistance avant déformation:

$$R_\varepsilon = \frac{L + \Delta L}{W} \frac{1}{\int_0^e \frac{de}{\rho + \Delta \rho}}$$

$$R = \frac{L}{W} \frac{1}{\int_0^e \frac{1}{\rho} de}$$

L'expression de K_L est la suivante:

$$K_L = \frac{1}{\varepsilon} \frac{\int_0^e \frac{\Delta \rho}{\rho(\rho + \Delta \rho)} de}{\int_0^e \frac{de}{\rho + \Delta \rho}} + \frac{\int_0^e \frac{de}{\rho}}{\int_0^e \frac{de}{\rho + \Delta \rho}}$$

Expérimentalement, nous obtenons $\Delta \bar{\rho} \ll \bar{\rho}$ et nous admettons que $\Delta \rho \ll \rho$; l'expression de K_L se simplifie:

$$K_L = \frac{1}{\varepsilon} \frac{\int_0^e \frac{\Delta \rho}{2\rho^2} de}{\int_0^e \frac{de}{\rho}} + 1$$

Les deux premiers termes de $\Delta \rho$, dans la relation (5), peuvent s'exprimer en fonction de coefficients élastorésistifs:

$$\Delta \rho_1 = m_{11} \rho_1 \varepsilon$$

$$\Delta \rho_2 = q \rho_2 \varepsilon = q (\rho_1 / \alpha) \varepsilon$$

L'analyse aux rayons X des couches de CdS indique que les couches sont très bien orientées et que les cristallites, dans leur grande majorité, admettent l'axe $\vec{C}$ comme normale au plan de la couche; ceci est observé pour les diverses couches obtenues. Nous sommes donc dans l'un des cas étudiés dans la partie analytique (page 11) et il est possible

de définir un coefficient m_{11} caractéristique du matériau; c'est ce coefficient élastorésistif qui intervient dans la relation précédente $\Delta \rho_1 = m_{11} \rho_1 \epsilon$.

Q est un coefficient élastorésistif du matériau constituant les joints de grains. L'expression de K_L est la suivante:

$$K_L = \frac{\int_0^e (m_{11} + Q\beta/\alpha + q/\alpha) \rho_1 / \rho^2 de}{\int_0^e 1/\rho de} + 1 \quad (6)$$

b) Coefficient extensométrique transversal K_T

La figure 22 montre une cellule soumise à une déformation $\epsilon = \Delta W/W$; celle-ci modifie la résistivité ρ qui devient:

$$\rho + \Delta \rho = \frac{(1+\beta)(\rho_2 + \Delta \rho_2) [\rho_1 + \Delta \rho_1 + \beta(\rho_2 + \Delta \rho_2)]}{(1+p\epsilon)(1+\beta)(\rho_2 + \Delta \rho_2) + (\beta + q\epsilon) [\rho_1 + \Delta \rho_1 + \beta(\rho_2 + \Delta \rho_2)]}$$

qui se simplifie en:

$$\rho + \Delta \rho = \rho_1 + \Delta \rho_1 + \beta(\rho_2 + \Delta \rho_2)$$

c'est-à-dire:

$$\Delta \rho = \Delta \rho_1 + \beta \Delta \rho_2 \quad (7)$$

Le coefficient K_T est par définition égal à $\frac{1}{\epsilon} \frac{R_\epsilon - R}{R}$ où R_ϵ et R ont pour valeur:

$$R_\epsilon = \frac{L}{W + \Delta W} \frac{1}{\int_0^e de / (\rho + \Delta \rho)}$$

$$R = \frac{L}{W} \frac{1}{\int_0^e de / \rho}$$

L'expression de K_T est la suivante:

$$K_T = \frac{1}{\epsilon} \frac{\int_0^e \Delta \rho / \rho^2 de}{\int_0^e de / \rho} - 1 \quad \text{avec } \Delta \rho \ll \rho.$$

Comme pour le coefficient longitudinal, chaque terme de $\Delta \rho$ peut s'exprimer en fonction de coefficients élastorésistifs:

$$\Delta \rho_1 = m_{12} \rho_1 \varepsilon$$

$$\Delta \rho_2 = R \rho_2 \varepsilon = R(\rho_1 / \alpha) \varepsilon$$

m_{12} est un coefficient élastorésistif caractéristique du matériau, selon la règle établie dans la partie analytique. R est un coefficient élastorésistif du matériau constituant les joints de grains.

L'expression de K_T est la suivante:

$$K_T = \frac{\int_0^e (m_{12} + R\beta/\alpha) \rho_1 / \rho^2 \, de}{\int_0^e 1/\rho \, de} - 1 \quad (8)$$

c) Application des calculs

Nous appelons $U(e)$ l'expression:

$$U(e) = \frac{\int_0^e \rho_1 / \rho^2 \, de}{\int_0^e 1/\rho \, de}$$

Les intégrales des relations (6) et (8) peuvent être intégrées par parties; les expressions de K_L et K_T deviennent:

$$K_L = (m_{11} + Q\beta/\alpha + q/\alpha) U(e) + 1 - G(e)$$

$$K_T = (m_{12} + R\beta/\alpha) U(e) - 1 - H(e)$$

où $G(e)$ et $H(e)$ s'expriment par:

$$G(e) = \frac{\int_0^e U(e) \, e/\bar{\rho} \, \frac{d}{de} (m_{11} + Q\beta/\alpha + q/\alpha) \, de}{\int_0^e 1/\rho \, de}$$

$$H(e) = \frac{\int_0^e U(e) \, e/\bar{\rho} \, \frac{d}{de} (m_{12} + R\beta/\alpha) \, de}{\int_0^e 1/\rho \, de}$$

Pratiquement, nous connaissons ρ_1^0 ; nous appelons donc $F(e)$ l'expression:

$$F(e) = \frac{\int_0^e \rho_1^0 / \rho^2 \, de}{\int_0^e 1 / \rho \, de}$$

$F(e)$ et $U(e)$ étant liés par la relation:

$$F(e) = k U(e)$$

Les figures 23, 24, 25, 26 montrent les facteurs $F(e)$ en fonction de l'épaisseur pour les quatre types de couches de CdS. Sur les mêmes feuilles nous avons porté les coefficients $-K_L$ obtenus expérimentalement. Il est intéressant de noter les points suivants:

1) La couche $F(e)$ de la figure 23 - mica 200 - est la seule qui varie avec une pente opposée à celle de $-K_L$: il y a en effet une croissance de $F(e)$ et une décroissance de $-K_L$ entre 0,3 et 2 microns; et dans cet intervalle, les pentes des deux courbes sont:

$$dF / de = 0,77/\text{micron}$$

$$d(-K_L)/de = -0,74/\text{micron}$$

2) Les facteurs $F(e)$ des figures 24, 25, 26 rendent assez bien compte de l'allure des coefficients $-K_L$:

- Les couches mica 20 ont des coefficients $-K_L$ qui sont de l'ordre de 22 ± 5 - la dispersion des résultats s'expliquant, comme nous avons vu pour la résistivité, par l'élévation progressive de la température de la surface des substrats due au rayonnement de la nacelle. On observe que $-K_L$, comme $F(e)$, ne varie pratiquement pas en fonction de l'épaisseur.
- Les coefficients $-K_L$ des couches vycor 20 présentent un maximum aux environs de 0,7 micron et il en est de même pour le facteur $F(e)$.
- Les coefficients $-K_L$ des couches vycor 200 présentent

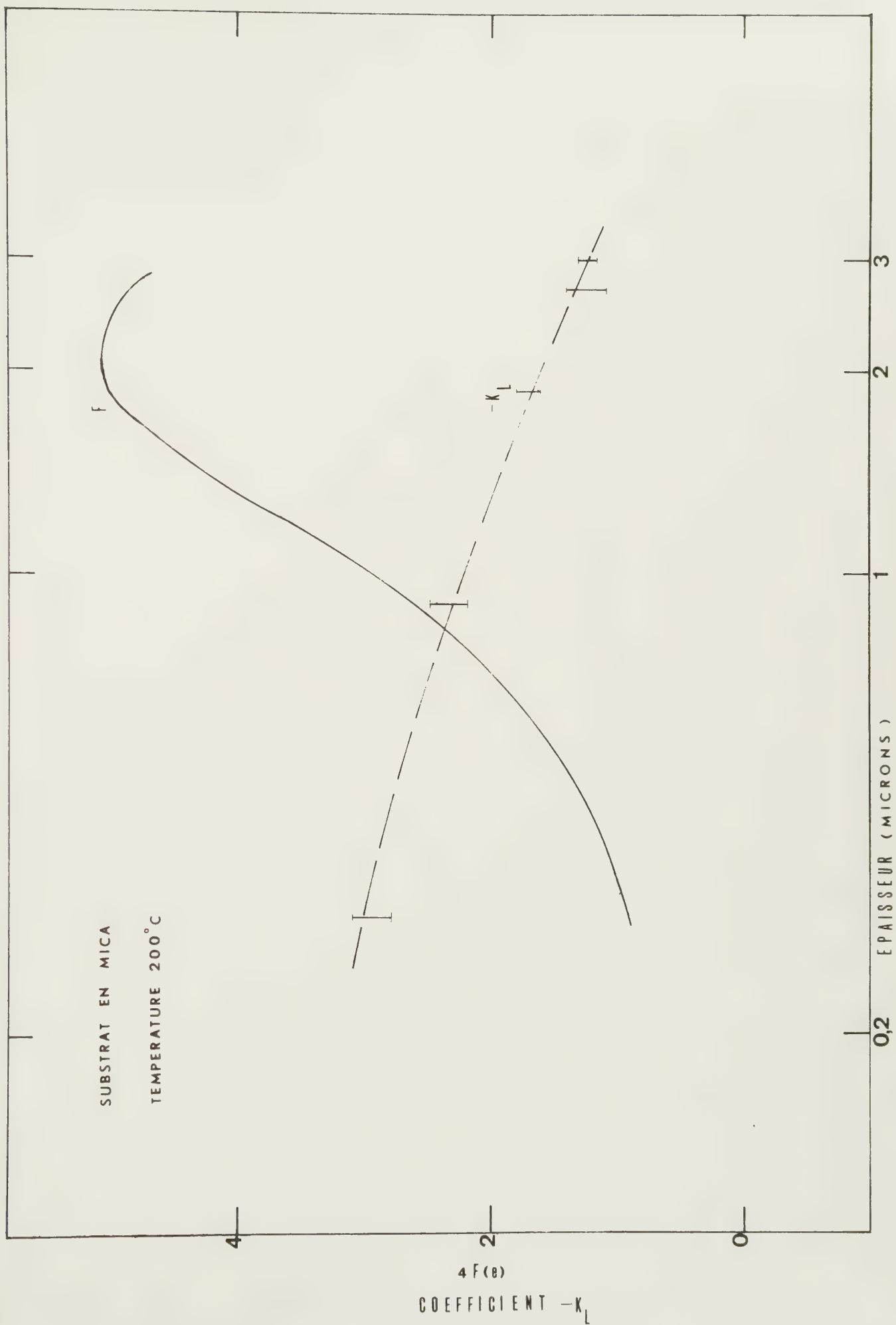


Fig. 23 - Facteur F et coefficient $-K_L$ en fonction de l'épaisseur pour les couches mica 200.

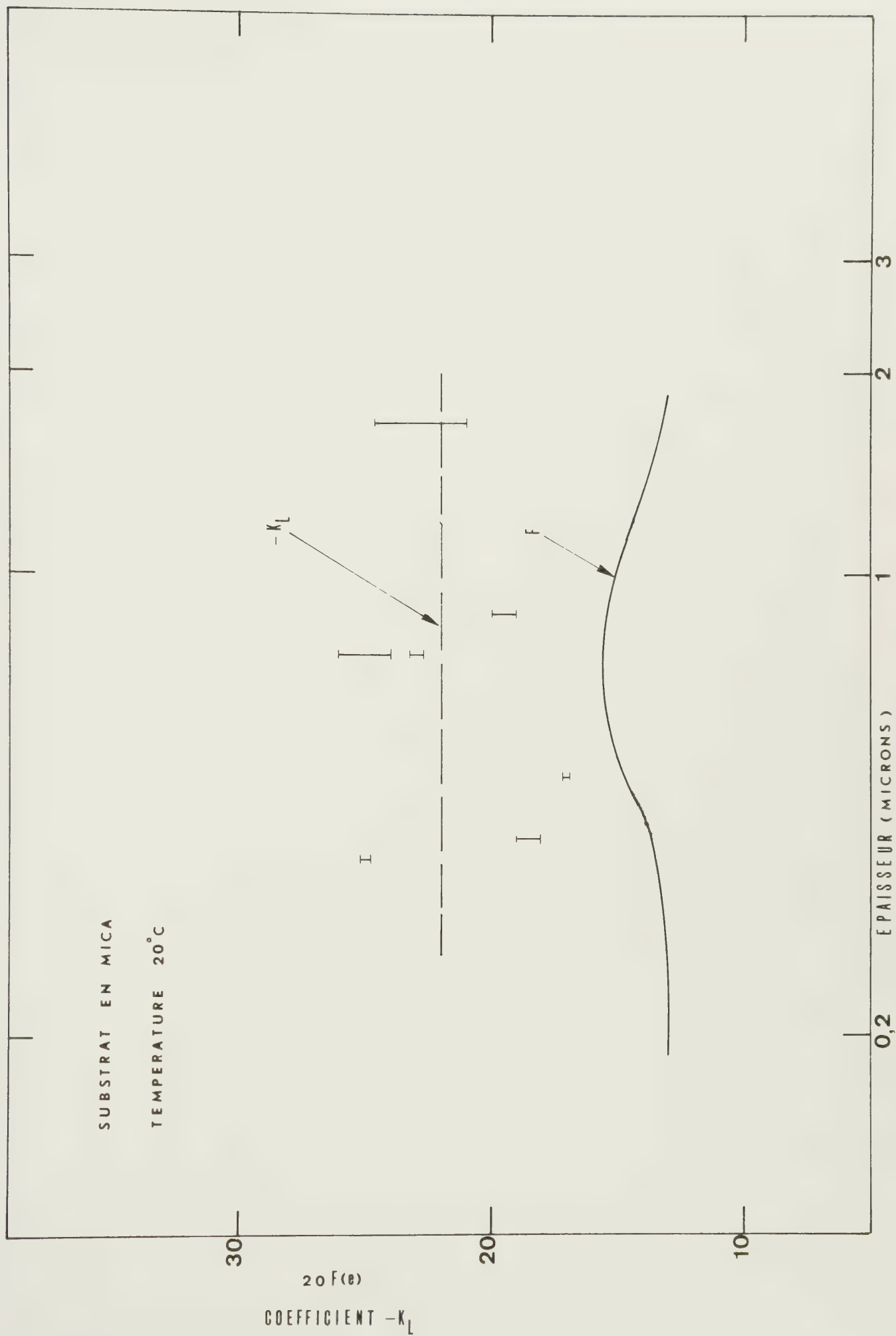


Fig. 24 - Facteur F et coefficient $-K_L$ en fonction de l'épaisseur pour les couches mica 20.

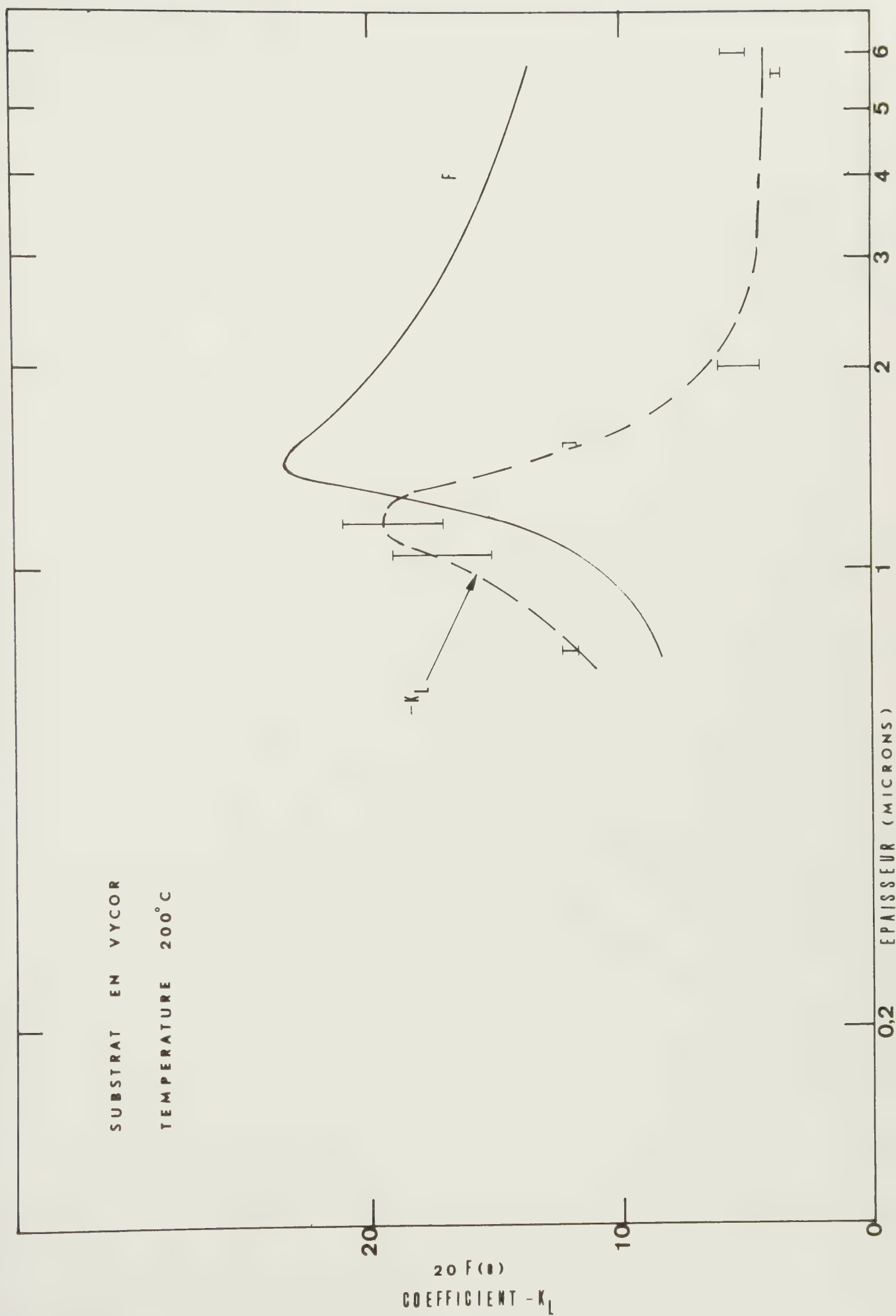


Fig. 25 - Facteur F et coefficient $-K_L$ en fonction de l'épaisseur pour les couches vycor 200.



Fig. 26 - Facteur F et coefficient $-K_L$ en fonction de l'épaisseur pour les couches vycor 20.

un maximum vers 1,2 micron et le facteur $F(e)$ a un maximum pour 1,5 micron. De plus, les allures des courbes $-K_L = f(e)$, pour les couches vycor 200 et vycor 20, sont semblables à celles des facteurs F .

3) Les coefficients $-K_L$ des couches mica 200 sont nettement plus faibles que ceux des autres couches.

4) Les coefficients $-K_T$ des couches mica 200 sont pratiquement constants en fonction de l'épaisseur:

$$K_T = -2,7$$

5) Les coefficients $-K_T$ des autres couches présentent les mêmes variations que les coefficients $-K_L$; nous avons en effet noté que les différences $K_L - K_T$ ne varient pratiquement pas en fonction de l'épaisseur.

Nous interprétons ces constatations de la manière suivante:

Pour les couches mica 200, la participation des joints de grains à la détermination de K_L et K_T est faible et les variations de K_L sont essentiellement dues au terme $m_{11} U(e)$.

Pour les autres couches - mica 20, vycor 200, vycor 20 - la participation des joints de grains à la détermination de K_L et K_T est prépondérante et les variations de K_L et K_T , au voisinage du maximum, sont dictées par le facteur $U(e)$.

Cette interprétation nous amène à évaluer le coefficient élastorésistif m_{11} à partir des couches mica 200:

$$\frac{dK_L}{de} = m_{11} \frac{dU}{de}$$

$$\text{soit} \quad \frac{dK_L}{de} = m_{11}/k \frac{dF}{de}$$

Dans l'intervalle 0,3 - 2 microns, les pentes de K_L et F sont égales; nous obtenons donc:

$$m_{11} = k$$

Nous avons admis comme limites de k 1,6 et 4; ce qui donne pour la valeur de m_{11} :

$$1,6 < m_{11} < 4$$

Pour les trois autres séries de couches, les coefficients K_L (et K_T) s'écrivent, au voisinage du maximum:

$$K_L = - \frac{t}{k} F(e)$$

et $-\frac{t}{k} = (m_{11} + Q\beta/\alpha + q/\alpha)$

où t et k sont deux constantes.

En choisissant par exemple $k = 1$ pour les couches mica 20 et $k = 2$ pour les couches vycor, les maxima de K_L et de $-\frac{t}{k} F(e)$ coïncident pour $t = 30$ et on obtient:

$$Q\beta/\alpha + q/\alpha \approx -32 \quad \text{couches mica 20}$$

$$Q\beta/\alpha + q/\alpha \approx -17 \quad \text{couches vycor}$$

Les termes q/α étant positifs, de même que β/α , les coefficients Q sont négatifs.

Il est possible de faire une estimation des coefficients Q , en négligeant les termes q/α devant $Q\beta/\alpha$ et en sachant que $\beta/\alpha = p/p_1 - 1$, soit $\beta/\alpha \approx p/p_1$. Nous obtenons des valeurs de Q de l'ordre de -1. Ce coefficient est tout à fait comparable aux coefficients extensométriques des jauges utilisées couramment.

II. Couches de Tellure

1. Résistivité et mobilité de Hall

Les résistivités et mobilités de Hall précédemment utilisées pour une épaisseur de sont maintenant valables pour toute l'épaisseur de la couche. Et les deux relations utiles sont les relations (1) et (3) précédentes:

$$\rho = \rho_1 + \beta \rho_2 = \rho_1 (1 + \beta/\alpha) \quad (9)$$

$$\mu = \mu_1 \rho_1 / \rho \quad (10)$$

2. Coefficients extensométriques

a) Coefficient extensométrique longitudinal K_L

La valeur du coefficient K_L est obtenue en supprimant dans les relations précédentes les intégrations par rapport à e :

$$K_L = 1/\epsilon \times \Delta\rho/\rho + 1$$

où $\Delta\rho$ a la valeur précédemment calculée:

$$\Delta\rho = \Delta\rho_1 + \beta\Delta\rho_2 + q\epsilon\rho_2$$

$\Delta\rho_1$ et $\Delta\rho_2$ peuvent s'exprimer à l'aide de coefficients élastorésistifs:

$$\Delta\rho_1 = M\rho_1\epsilon$$

$$\Delta\rho_2 = Q\rho_2\epsilon$$

M est un coefficient élastorésistif lié aux cristallites de tellure. Les couches obtenues ont une faible orientation préférentielle ou bien, lorsqu'elles en ont une, l'axe $\vec{C}$ est dans le plan de la couche; et nous avons vu, dans la partie analytique, qu'une telle orientation préférentielle ne permet pas

d'obtenir des coefficients élastorésistifs identiques pour tous les cristallites et caractéristiques du matériau. Le coefficient M ici utilisé est donc une moyenne des coefficients élastorésistifs des divers cristallites. Le coefficient Q est un coefficient élastorésistif du matériau des joints de grains.

L'expression de K_L est la suivante:

$$K_L = \frac{\rho_1}{\rho} (M + Q\beta/\alpha + q/\alpha) + 1 \quad (11)$$

b) Coefficient extensométrique transversal K_T

De la même façon que K_L , on obtient K_T :

$$K_T = 1/\epsilon \times \Delta\rho/\rho - 1$$

$\Delta\rho$ a la même expression que pour les couches de CdS:

$$\Delta\rho = \Delta\rho_1 + \beta\Delta\rho_2$$

$\Delta\rho_1$ et $\Delta\rho_2$ peuvent s'exprimer en fonction de coefficients élastorésistifs:

$$\Delta\rho_1 = N\rho_1\epsilon$$

$$\Delta\rho_2 = R\rho_2\epsilon$$

N est un coefficient semblable à M et R un coefficient semblable à Q.

L'expression de K_T est la suivante:

$$K_T = \frac{\rho_1}{\rho} (N + R\beta/\alpha) - 1 \quad (12)$$

c) Application des calculs

En tenant compte de l'égalité (10), les deux relations (11) et (12) deviennent:

$$K_L = \frac{\mu}{\mu_1} (M + Q\beta/\alpha + q/\alpha) + 1$$

$$K_T = \frac{\mu}{\mu_1} (N + R\beta/\alpha) - 1$$

D'autre part, les relations (9) et (10) donnent pour β/α :

$$\beta/\alpha = \mu_1/\mu - 1$$

Les expressions de K_L et K_T sont donc finalement:

$$K_L = \frac{\mu}{\mu_1} (M - Q - q/\beta) + Q + q/\beta + 1 \quad (13)$$

$$K_T = \frac{\mu}{\mu_1} (N - R) + R - 1$$

Nous avons porté sur la figure 27 les coefficients K_L obtenus avec les couches de tellure pur en fonction de la mobilité de Hall; et nous vérifions assez bien que la relation (13) est satisfaite. On obtient les deux égalités:

$$Q + q/\beta + 1 \approx 27$$

$$M - Q - q/\beta \approx 36$$

en utilisant $\mu_1 = 400 \text{ cm}^2/\text{v.s.}$ - valeur obtenue avec les cristaux d'origine - la valeur de M est:

$$M = 62$$

Dans le cas limite où la couche serait monocristalline, on aurait $\alpha = 1$, β et $q = 0$ et $K_L = M + 1$, et M serait alors le coefficient élastorésistif m_{11} :

$$m_{11} = M = 62$$

Pour les couches de tellure dopées, la relation linéaire entre K_L et μ n'est plus vérifiée.

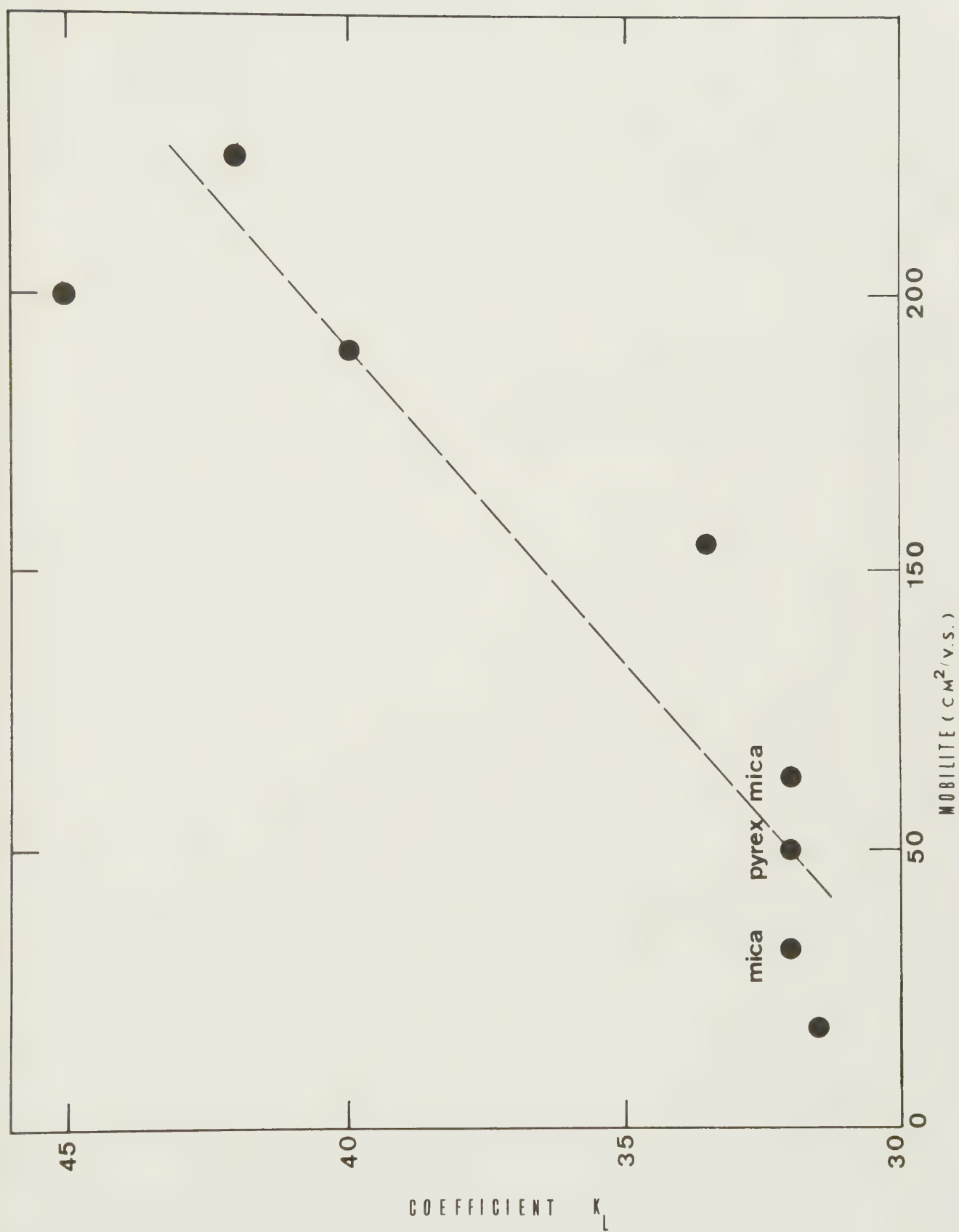


Fig. 27 - Coefficient K_L en fonction de la mobilité pour les couches de tellure.

d) Constante de temps

La présence d'une constante de temps importante s'est pratiquement maintenue dans toutes nos couches de tellure. Nous avons porté sur la figure 28 les coefficients K_L obtenus en fonction des rapports $S_1 - S_1$ est la valeur de K_L après 1 minute divisée par cette valeur après 10 minutes - . De façon générale, on voit que les faibles constantes de temps correspondent aux coefficients extensométriques les plus faibles et pour $S_1 = 1$, les valeurs de K_L obtenues sont proches de celles trouvées par Parker (1) et Laniepe (10).

Il est intéressant de noter que, pour certains auteurs (3), le bismuth en couche mince présente aussi un phénomène de constante de temps; et une combinaison astucieuse des coefficients K_L et K_T permet de l'éliminer (en effet K_L est de la forme $Ae^{-t/\tau}$ et K_T de la forme $Be^{t/\tau}$).



Fig. 28 - Coefficient K_L en fonction du rapport entre les valeurs de K_L après 1 et 10 minutes.

CONCLUSION

Au cours de ce travail, nous avons réalisé des couches minces de CdS et de Te par dépôt sous vide sur des substrats en verre vycor, pyrex ou en mica et nous avons étudié leurs propriétés élastorésistantes.

Les couches de CdS ont des résistivités variant de 10^{-1} à 10^2 ohm-cm selon le substrat, l'épaisseur, la vitesse de condensation, la température des substrats pendant l'évaporation; elles présentent des coefficients élastorésistants allant de -5 à -25; ceux-ci, pour les substrats en verre, passent par un maximum en fonction de l'épaisseur. D'autre part, les coefficients longitudinaux et transversaux sont pratiquement égaux. Ils sont essentiellement dus aux effets prenant naissance dans les joints de grains. Certaines couches de CdS déposées sur des substrats en mica maintenus à 200°C présentent une très forte orientation de leurs cristallites suivant l'axe (001). Des résultats obtenus avec ces couches, nous avons déduit une valeur du coefficient m_{11} du CdS:

$$m_{11} = 3 \pm 1$$

Les couches de tellure ont une résistivité constante quelles que soient les conditions d'évaporation (substrat, vitesse de condensation, température) et quelle que soit l'épaisseur, dans la gamme 2000 à 5000 Å:

$$\rho = 5 \times 10^{-2} \text{ ohm-cm}$$

Les coefficients élastorésistants des couches de Te varient proportionnellement à leur mobilité de Hall: K_L varie de 30 à 45. Toutes les couches de Te présentent une constante de temps importante (supérieure parfois à 10 minutes) lors de l'application d'une contrainte. Nous avons réussi à réduire cette valeur à 1 minute par l'évaporation d'Ag sur le tellure au prix d'une diminution de K_L .

Sur le plan pratique, les deux semi-conducteurs étudiés n'offrent pas des caractéristiques suffisamment intéressantes pour qu'ils soient utilisables dans le domaine

des capteurs élastorésistants.

Sur le plan théorique, l'utilisation du modèle de Bube complété par un gradient de résistivité en fonction de l'épaisseur permet d'obtenir un bon accord entre les coefficients calculés et les résultats expérimentaux.

REFERENCES

- (1) R.L. Parker et A. Krinsky, J. Appl. Phys. 34, 2700 (1963)
- (2) P. Thureau, B. Laniepce, Ph. Jourdain, Revue française de mécanique, 10-11, 81 (1964)
- (3) P. Huet, Conférence au Groupement pour l'avancement des méthodes d'analyse des contraintes (G.A.M.A.C.), 6-6-1967
- (4) R. Koike et H. Kurokawa, Jap. J. Appl. Phys. 5, 503 (1966)
- (5) Materialprüfung (Allemagne), Juin 1967
- (6) R.H. Bube, Appl. Phys. Letters 13, 136 (1968)
- (7) M. Granveaud, L'Onde électrique 48, 316 (1968)
- (8) C.S. Smith, Solid State Physics, Vol.6, p. 243
- (9) A.P. Poorman, Strength of Materials (Mc Graw-Hill Book Company, Inc., New York, 1945)
- (10) B. Laniepce, Thèse, Université de Caen, Juin 1963 (p.29)
- (11) P.A. Thomas, C. Sebenne, M. Balkanski, Rev. Phys. Appl. 5, 683 (1970)
- (12) J.A. Corll, Phys. Rev. 157, 623 (1967)
- (13) M. Okimura, Jap. J. Appl. Phys. 4, 825 (1965)
- (14) K.H. Hermann et G. Oelgart, Phys. Stat. Sol. 24, 289 (1967)
- (15) H. Düsterhöft, G. Fritze, R. Link, Phys. Stat. Sol. 1, K12 (1961)
- (16) G. Fischer et F. Hedgcock, J. Phys. Chem. Solids 17, 246 (1961)
- (17) J. Gouault, communication privée

UNIVERSITE de PARIS VI

II, Quai Saint Bernard - Paris 5

SERVICE DE LA SCOLARITE

Bureau des Enseignements du 3^e Cycle

tél. 336.25.25 et 325.12.21

PERMIS D'IMPRIMER

DOCTORAT :

THESE DE : DOCTEUR INGENIEUR

NOM : GRANDVEAUD

Prénoms : Michel

né le 17 Novembre 1937 à ANGOULEME Charente Dép^t :

1^{ère} THESE : Elastorésistivité de couches minces de sulfure de cadmium et de tellure.

2^e THESE (Propositions faites par l'Université) :



Vu et Approuvé

PARIS, le 13 Janvier 1972

Le Président

de l'Université de PARIS VI

A. HERPIN

